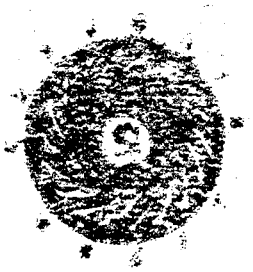
учебные пособия по техминимуму
для фотокинохимической промышленности
ПОД РЕДАКЦИЕЙ ДОЦЕНТА П. В. КОЗЛОВА

В. МИХАЙЛОВ

ТЕХМИНИМУМ

для рабочих эмульсионного цеха



КИНОФОТОИЗДАТ
МОСКВА • 1935

учебные пособия
по техминимуму
для фотокинохимической
промышленности

ПОД РЕДАКЦИЕЙ ДОЦЕНТА П. В. КОЗЛОВА

В. Я. МИХАЙЛОВ

ТЕХМИНИМУМ ДЛЯ РАБОЧИХ ЭМУЛЬСИОННОГО ЦЕХА

сектором подготовки кадров
главного управления кинофотопромышленности
рекомендовано
в качестве учебного пособия
для кружков техминимума

КИНОФОТОИЗДАТ
МОСКВА ● 1935

В. МИХАЙЛОВ. Техминимум для рабочих эмульсионного цеха.

Книга содержит сведения о составе и свойствах эмульсий, дает подробное описание всех стадий эмульсионного процесса, а также основную рецептуру.

Редактор Б. Прокофьев
Техредактор В. Зверин

Сдано в производство 25/III—35 г.
Подписано к печати 2/VI—35 г.
Формат бумаги 74 × 105 1/32 п. з. 29.800.
Тираж 1 500. Уп. главлита В—22604

8-я типография „Мособлполиграфа“,
ул. Фридриха Энгельса, 46.
Нар. 3128

Глава I

Фотохимическая промышленность в СССР

Первые, еще плохие, броможелатиновые пластинки были изготовлены Меддоксом (Англия) в 1871 г. и уже через семь лет начался их промышленный выпуск. В 1885 г. была поставлена первая поливная машина для пластинок. В девяностых годах прошлого столетия фотопластинки и фотобумага получили уже широкое распространение, и во всех передовых промышленных странах организовались крупные предприятия для производства светочувствительных материалов. Особенно значительным достижением в фотопромышленности явилось применение вместо стекла целлулоида. Возникновение кино заставило многие фабрики перестроить свою работу и перенести внимание на изготовление светочувствительных материалов на гибкой целлулоидной основе. Так появились фото и кинопленки.

До революции в России фотокинопромышленности почти не было, если не считать нескольких предприятий кустарного типа по производству сухих фотопластинок на импортном сырье.

Советский период характеризуется бурным ростом кинофотопромышленности. Развитие социалистического хозяйства и связанное с этим огромное увеличение спроса на фотокиноматериалы со стороны всех отраслей промышленности, а также подъем материального и культурного уровня широких трудящихся масс повлекли за собой необычайное развитие фотокинопромышленности в нашей стране.

Художественные достижения советского киноискусства известны всему миру. Советские фильмы пользуются любовью трудящихся всей нашей страны и миллионы советских зрителей предъявляют все большие и большие требования на продукцию кинематографии. Быстро растет сеть кинотеатров и передвижек. Например, только в 1935 г. в течение короткого периода времени организуются в колхозах до 900 новых звуковых установок в дополнение к уже существующим.

Фотография в настоящее время проникла во все области народного хозяйства. Фотографией пользуются все отрасли промышленности и сельского хозяйства. Она находит широчайшее применение в медицине, технике, оборонном деле и т. д.; нет ни одного научно-исследовательского учреждения, где в том или ином виде не применялась бы фотография. Густая сеть фотокружков при заводах, фабриках и учреждениях покрывает страну Советов. Тысячи и десятки тысяч фотокоров и фотолюбителей работают сейчас во всех уголках Союза.

Широко выросшие потребности в светочувствительных материалах мы удовлетворяем сейчас за счет отечественного производства; у нас вырабатываются все виды светочувствительных материалов — фотопластинки, фотопленка, кинопленка, фотобумага.

Все существующие в настоящее время у нас предприятия этой отрасли построены при советской власти.

В настоящее время все производство светочувствительных материалов сосредоточено в Фотокинохимическом тресте (ФОКХТ), входящем в состав Главного управления кинофотопромышленности при Совнаркоме СССР (ГУКФ).

Производство светочувствительных материалов в СССР с каждым годом резко повышается. В 1934 г. было выпущено 53 млн. метров пленки, 4,4 млн. квадратных метров фотобумаги и 636 тыс. кв. метров фотопластинок. В 1935 г. нашей промышленностью будет изготовлено пленки — 75 млн. метров, фотобумаги — 5 млн. квадратных метров и фотопластинок—800 тыс. квадратных метров. В 1937 г. эти цифры соответственно вырастут до 160 млн., 8 млн., и 1200 тыс.

В 1935 г. проводится большая работа в области реконструкции наших предприятий и строительства новых. Достаточно сказать, что объем капитального строительства на 1935 г. составляет 35 млн. руб., тогда как весь основной капитал нашей фотохимической промышленности ниже этой цифры. Это характеризует то большое значение, которое приобретает наша промышленность во всей системе советского народного хозяйства.

Опыт эксплоатации наших фабрик дает возможность внедрить ряд новых рационализаторских мероприятий, призванных улучшить качество работы. Сюда, в первую очередь, относится область эмульсионно-варочных процессов. Достаточно сказать, что введение на наших предприятиях аппаратуры из нержавеющей стали открывает перед нами огромные перспективы по рационализации этого сложного процесса.

Особое значение в нашей работе сейчас приобретает развернутая и конкретная борьба за качество нашей продукции. Надо нашу техническую базу кинематографии и, прежде всего, ее пленочную базу привести в соответствие с высоким уровнем советского кино. Нам нужно, чтобы высокое качество наших фильмов подымалось еще выше от хорошего качества советской пленки — негативной и позитивной.

Роль и значение эмульсионного цеха в этом деле огромны и от правильной постановки эмульсионного производства во многом зависит качество конечного продукта — пленки, фотобумаги, фотопластинки.

Глава II

Элементарные сведения о составе и свойствах эмульсий

Кинопленка, фотобумага и фотопластинки носят общее название—«светочувствительные материалы». Светочувствительными эти материалы называются потому, что под влиянием света, в зависимости от его количества, их поверхность претерпевает бо́льшие или меньшие изменения, которые потом усиливаются специальной обработкой — проявлением, закрепляются фиксированием, и в результате на светочувствительном материале мы получаем изображение предмета.

Изображение получается черное, причем тем местам, на которые подействовал свет, соответствуют почернения, а тем местам, где света было недостаточно, соответствуют прозрачные места. Такое изображение называется негативным. Для того, чтобы получить правильную светопередачу, необходимо через полученное негативное изображение осветить другой светочувствительный слой: тогда там, где были черные места негатива, свет не пройдет, и на отпечатке получим светлые места, соответствующие светлым местам оригинала. Изображение, правильно передающее светотени и тональность снимаемого объекта, называется позитивным.

Так как съемка зависит от очень многих условий, то выгодно проводить ее как можно быстрее: обычно довольствуются небольшими долями секунды—$^1/_{20}$—$^1/_{500}$.

Поэтому негативный светочувствительный материал отличается большой чувствительностью к свету, и достаточно ничтожно малых количеств последнего, чтобы вызвать в слое значительные изменения. Для получения позитивного изображения такой чувствительности не требуется, и позитивные материалы, примерно, в 300 и более раз менее чувствительны, чем негативные.

Если рассмотреть ближе как негативные, так и позитивные светочувствительные материалы, то легко заметить, что они состоят из двух основных слоев: нижнего и верхнего. Нижний слой является подложкой и не обладает чувствительностью к свету; в качестве такого слоя применяются стекло, бумага, целлулоид. К этой подложке приклеивается верхний слой, представляющий светочувствительную эмульсию, служащую для получения изображения. Оба эти слоя соединяются при помощи промежуточного; на пластинках и пленках он не виден и называется подслоем, на бумагах он ясно различается и называется баритовым слоем. Промежуточный слой служит для приклеивания эмульсионного слоя к подложке; баритовый слой кроме того изолирует эмульсионный слой от вредного влияния бумаги — подложки.

В задачи кинофотопромышленности изготовление подложки не входит; исключением является целлулоид, который кинопленочные фабрики изготовляют сами. Основной задачей кинофотопромышленности является изготовление светочувствительной эмульсии, полив ею соответствующей подложки, сушка и дальнейшая обработка высушенной продукции.

Внешний вид эмульсий

По внешнему виду эмульсия представляет желтую или розоватую массу, напоминающую желе или студень. Эта масса при небольшом подогревании плавится, образуя непрозрачную жидкость того же цвета. Будучи полита на подложку и высушена, эмульсия образует плотный твердый слой.

Если эмульсию очень тонким слоем нанести на стекло и посмотреть в микроскоп, то будет видна картина, подобная изображенной на рис. 1.

Каждый кружок представляет фотографию того, что видно в микроскопе. По светлому полю разбросаны зернышки самой разнообразной формы. Увеличение около 1 000, т. е. каждое зернышко имеет величину в 1 000 раз меньшую той, которую наблюдают в микроскопе. Действительная величина (поперечник) наблюдаемых зерен колеблется обычно в пределах от 0,0002 до 0,003 *мм,* но они могут быть как меньше (до предела видимости), так и больше (до 0,008 *мм).* В эмульсионном слое они расположены во всей толще его, и один квадратный сантиметр поверхности эмульсионного слоя содержит десятки и сотни миллионов таких зерен. Все они скреплены в один сплошной слой желатиной, которая в данном случае является склеивающим началом эмульсионного слоя. Желатина в том виде, в каком она применена в эмульсии, не светочувствительна; носителями светочувствительности являются эмульсионные зерна. Как видно из рисунка, форма зерен самая разнообразная: мелкие шарики, треугольнички, в которых часто наблюдаются срезанные углы, шестигранники и даже палочки. Толщина зернышек равна, примерно, $^1/_{10}$—$^1/_{15}$ диаметра.

Микрофотографии, приведенные на рисунках, получены с эмульсий, приготовленных различными способами; заметно, что на каждой фотографии преобладают те или иные формы; форма зерен зависит от способа получения эмульсий.

Специальные исследования показали, что все зерна независимо от величины и формы представляют кристаллы. Кристаллом называется твердое однородное тело, обладающее различными свойствами в различных направлениях. Обычно кристалл имеет правильную форму, если он имеет возможность правильно образовываться; так, например, мы наблюдаем часто столовую соль, а также бромистый калий в виде кубиков, медный купорос, квасцы в форме кристаллов иной

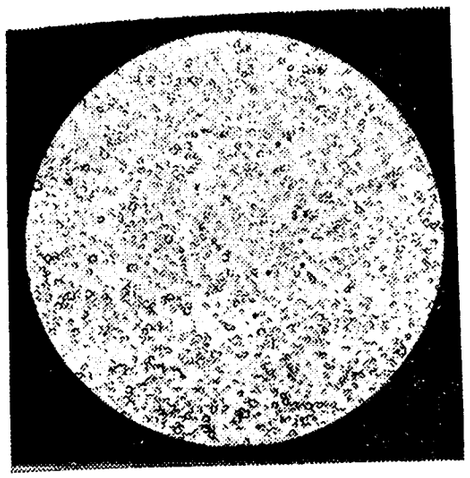


Рис. 1а

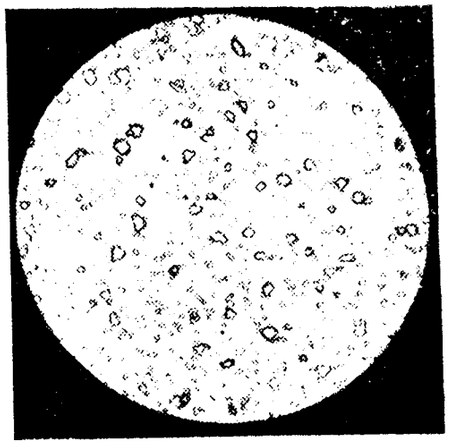


Рис. 1б

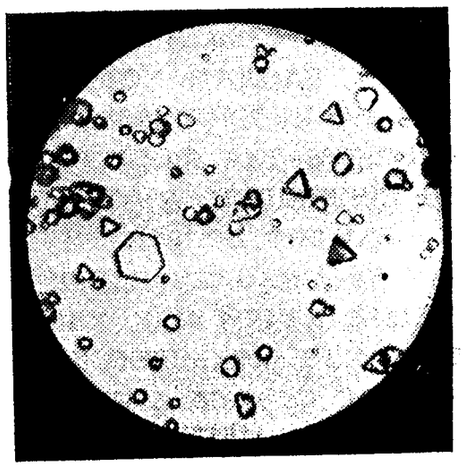


Рис. 1в

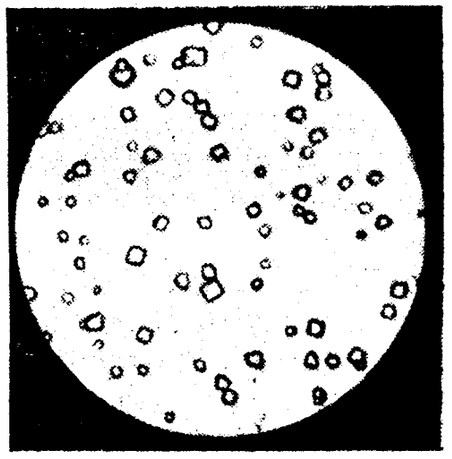


Рис. 1г

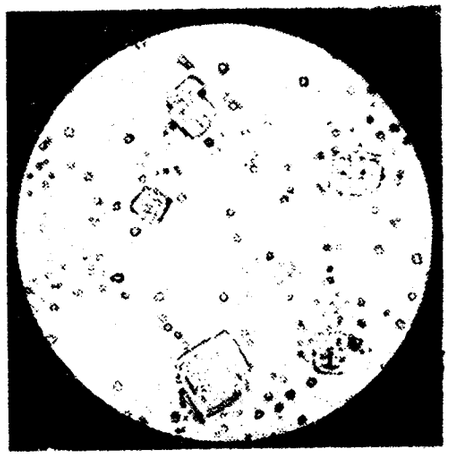


Рис. 1д

Рис. 1. Различные формы эмульсионных зерен

формы и т. д. Так как светочувствительные зерна эмульсии образуются в ненормальных условиях (вследствие наличия желатины), то они имеют эту правильную форму или в зачаточном состоянии (треугольники или шестиугольники), или в скрытом для глаза виде (шарики).

Химический состав эмульсий

О химическом составе эмульсий можно судить, исходя из того сырья, которое применяется для их получения. Основными материалами служат: желатина, азотнокислое серебро, бромистый калий, иодистый калий, а для позитивных эмульсий — также и хлористый натрий (поваренная соль). Желатина, как указывалось выше, играет роль склеивающего вещества и в состав наблюдаемых в микроскоп зерен не входит, хотя оказывает очень большое влияние на их чувствительность. Таким образом основным материалом для формирования светочувствительных зерен являются: азотнокислое серебро, которое неизменно входит во все эмульсии, бромистый калий, который также входит почти во все эмульсии, и, наконец, иодистый калий или хлористый натрий, которые в больших или меньших количествах прибавляются к различным сортам эмульсии. При этом хлористый натрий иногда на 100% заменяет бромистый калий (в бумажных эмульсиях), иодистый же калий во всех случаях прибавляется в очень небольшом проценте.

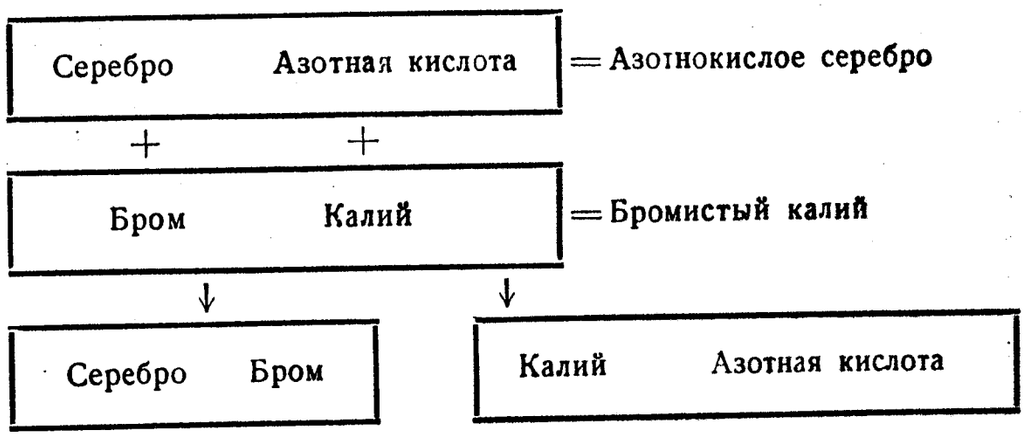
Для примера рассмотрим, что будет происходить, если будем смешивать азотнокислое серебро с бромистым калием, предварительно и то и другое растворив в воде.

Азотнокислое серебро получается путем растворения металлического серебра в азотной кислоте и представляет соединение серебра с азотной кислотой.

Бромистый калий — это соединение металла калия с бромом.

При смешивании азотнокислого серебра с бромистым

калием произойдет обмен местами: серебро соединится с бромом с образованием бромистого серебра и вытеснит благодаря этому калий из его соединения с бромом. Калий тогда присоединится к азотной кислоте на место оторвавшегося серебра и даст азотнокислый калий. Бромистое серебро не растворяется в воде и поэтому выпадает в виде осадка, а азотнокислый калий будет находиться в растворе. Если с осадка бромистого серебра слить отстоявшуюся жидкость и выпарить воду, то мы получим в остатке кристаллы азотнокислого калия. Для ясности все сказанное можно изобразить следующей схемой.



Для лиц, знакомых с химическими обозначениями, приводим выражение данного процесса в виде химических формул:

$$AgNO_3 + KBr = AgBr + KNO_3$$

Бромистое серебро, полученное путем смешивания указанных выше солей в водных растворах, дает грубый хлопьевидный осадок, очень мало чувствительный к свету. Если такой осадок получить даже в темноте и налить на него проявитель, — осадок немедленно целиком почернеет; очевидно, таким осадком нельзя пользоваться для получения изображения.

Совершенно другой результат получится, если смешивание азотнокислого серебра и бромистого калия производить в присутствии желатины. Для этого надо к воде, в которой растворяется бромистый калий, добавить небольшое количество желатины (в практике берут от 1 до 6%). Последняя не даст образовавшимся кристаллам склеиваться в хлопья, и мы получим привычную нам эмульсию, где зерна бромистого серебра не осаждаются, а поддерживаются во взвешенном состоянии благодаря тому, что желатина придает жидкости известную густоту, образуя вязкий раствор. Если такая эмульсия не была освещена, то приливание проявителя не вызовет ее почернения.

Все наши рассуждения относительно бромистого серебра можно применить и для других форм серебра, а именно: при смешивании азотнокислого серебра с иодистым калием получится иодистое серебро, при смешивании с хлористым натрием получится хлористое серебро. Таким образом в зависимости от примененной соли мы получаем:

а) серебро бромистое (соединение серебра с бромом),

б) серебро иодистое (соединение серебра с иодом),

в) серебро хлористое (соединение серебра с хлором).

Бром, иод и хлор называются галоидами (солеобразователями) [1].

Если взять смесь разных солей, то мы получим также смесь различных видов серебра, например бромистого и иодистого. Так как нам в дальнейшем придется иметь дело обычно со смесью галоидов, то для обобщения будем называть серебро, соединенное с одним или несколькими из указанных выше веществ (хлор, бром, иод), галоидным серебром. Тогда понятие «свето-

1) Солью называется химическое соединение, состоящее из металла и остатка кислоты, получаемое путем замещения металлом водорода кислоты. Например, азотнокислое серебро представляет соединение серебра с остатком азотной кислоты. Бромистый калий является соединением металла калия и остатка бромисто-водородной кислоты.

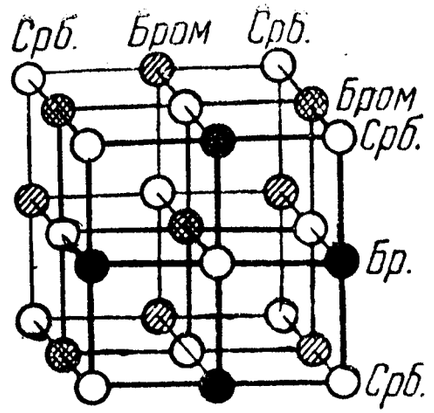


Рис. 2. Схема построения кристалла

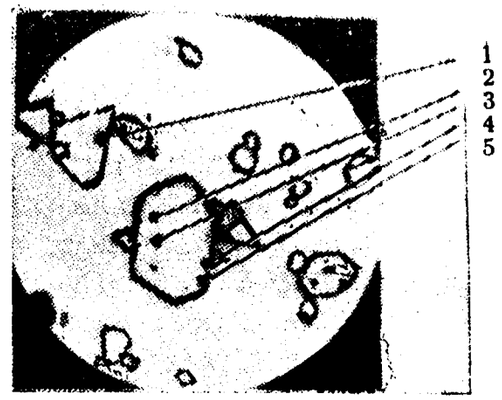


Рис. 3. Эмульсионные зерна в первой стадии проявления. 1, 2, 3, 4 и 5—центры проявления

чувствительная эмульсия» можно будет расшифровать следующим образом: светочувствительной эмульсией называется взвесь[1] галоидного серебра в желатинной среде. Следует различать сырую эмульсию, не подвергнутую еще сушке, и сухую эмульсию, нанесенную на подложку и высушенную. Сырая эмульсия может быть в твердом (нерасплавленном) и в жидком (расплавленном) состоянии.

Посмотрим, как расположены серебро и галоид (например бром) в тех кристаллах, которые мы видели на рис. 1.

Ввиду ничтожности размеров частиц серебра и брома обнаружить их ни глазом, ни в микроскоп нельзя. Однако специальными методами исследования установлено, что кристалл галоидного серебра представляет как бы правильную решетку, в узлах которой расположены попеременно серебро и галоид (например бром). Это можно видеть на рис. 2, где светлые шарики соответствуют серебру, а темные — брому. Если получение бромистого серебра проводить в присутст-

1 От слова взвешивать—держать в подвешенном состоянии.

вии иодистого калия (как это всегда делается), то образующееся при этом иодистое серебро смешивается с бромистым, давая так называемые смешанные кристаллы; в узлах решетки кроме брома становится также и иод. Таким образом поверхность кристалла состоит из чередующихся между собою частиц серебра, брома и иода.

Для того, чтобы дать полное представление о внешнем виде кристалла галоидного серебра, следует указать, что на поверхности кристаллов задерживаются также некоторые вещества, которые или умышленно добавляются в эмульсионную среду, или откладываются из желатины. Строение и вид поверхности кристаллов галоидного серебра в эмульсии имеют весьма важное значение для объяснения (правда, еще не полного) светочувствительности галоидного серебра в эмульсии.

Причина светочувствительности эмульсий

Если взять зерно галоидного серебра, осветить его, положить под микроскоп и подвергнуть проявлению, то мы увидим картину, изображенную на рис. 3.

На поверхности зерна появляются черные точки, они растут, черные хвосты выкидываются за границы зерна, и в конце концов последнее чернеет и принимает бесформенный вид. То черное вещество, которое выделилось в результате проявления, представляет металлическое серебро; таким образом бромистое серебро при помощи проявителя мы разложили на бром, который поглотился проявителем, и на серебро, которое выделилось. Проявитель разлагает только то бромистое серебро, которое подверглось действию света, и не оказывает влияния на кристаллы, которые вовсе не были освещены или были слабо освещены. Проявитель очевидно продолжает ту работу, которую начал свет, т. е. разложение галоидного серебра, из которого, как мы видели, состоит эмульсия.

Но проявление началось не сразу по всему кристаллу галоидного серебра, а только в нескольких точках,

и лишь потом процесс распространился на все зерно. Между тем зерно целиком было подвергнуто воздействию света в равной степени. Очевидно, свет может изменять лишь некоторые, наиболее слабые точки, наиболее уязвимые места, имеющиеся на поверхности кристалла (проявление начинается с поверхности). Чем больше таких слабых мест, и чем они слабее, тем меньшее количество света необходимо для того, чтобы произвести соответствующее воздействие, тем светочувствительнее будут кристаллы галоидного серебра, а следовательно и эмульсия.

Установлено, что для получения высокочувствительных эмульсий необходимо получать кристаллы галоидного серебра с наиболее неоднородной поверхностью. Одной из причин такой неоднородности, как уже указывалось, является наличие иодистого серебра. Частицы иода, вклиниваясь в поверхность кристаллов бромистого серебра, создают внутренние напряжения и тем облегчают работу световому лучу. Но не одно иодистое серебро обусловливает неоднородность поверхности кристалла.

При приготовлении эмульсии одним и тем же методом, но на различных желатинах, получаются различные светочувствительности, причем разница может быть в несколько десятков раз. Следовательно желатина оказывает исключительно большое влияние на светочувствительность эмульсий. Причина этого влияния до сих пор еще не выяснена, и над разгадкой этой способности желатины очувствлять галоидное серебро работает ряд ученых как в СССР, так и за границей. Способность желатины очувствлять галоидное серебро называется активностью желатины, а те вещества (еще в точности нам неизвестные), которые содержатся в желатине и при помощи которых производится это очувствление, называются активаторами.

Работами Шеппарда и других ученых установлено, что желатина содержит в себе ряд веществ, вступающих во взаимодействие с галоидным серебром. Некоторые из этих веществ содержат серу и образуют на

поверхности кристалла сернистое серебро, которое вклинивается так же, как иод; другие просто образуют на поверхности кристалла металлическое серебро, т. е. как бы подменяют действие света. Эти включения серебра металлического или сернистого, или того и другого вместе (точно еще не выяснено) весьма сильно нарушают однородность поверхности кристалла и облегчают работу световому лучу, увеличивая этим светочувствительность эмульсий.

Как видно из рис. 1, в одной и той же эмульсии имеются зерна разной величины. Распределение зерен по величине для каждой эмульсии весьма характерно. Дело в том, что инородные вкрапливания, или, как их называют, «центры чувствительности», располагаются на поверхности зерна совершенно случайно; величина их также случайна. Между тем необходим какой-то минимальный предел для величины центра чувствительности: зерно может иметь очень много центров, но если они будут очень малы, то зерно не будет отличаться чувствительностью; наоборот, если зерно имеет хотя бы один, но очень большой чувствительный центр, оно будет очень чувствительно. Понятно, что в том случае, когда зерно крупнее, т. е. имеет бо́льшую поверхность по сравнению с мелким, — больше вероятности, что на нем отложится больше крупных центров; поэтому чувствительность возрастает вместе с величиной зерна. Это не значит, что вообще все большие зерна более чувствительны, чем малые, но в одной и той же эмульсии большие зерна в среднем чувствительнее малых. Таким образом распределение зерен по величинам для данной эмульсии является весьма характерным. Для эмульсий малочувствительных мы имеем более однородный состав зерен, для высокочувствительных — менее однородный.

Степень чувствительности мы определяем следующим образом: если две эмульсии после одинакового освещения их и такого же проявления почернели в разной степени, то та из них будет чувствительнее, которая почернела больше. Условно какое-то почернение, полученное в определенной обстановке, принимают за единицу; тогда, сравнивая с ним почернение всяких других эмульсий, можно определять чувствительность по отношению к той, которая принята за единицу.

Другим весьма важным свойством эмульсии является контраст.

Для уяснения понятия контраста допустим, что мы приготовили эмульсию, состоящую из двух типов зерен — очень чувствительных и нечувствительных. Снимая на этой эмульсии какой-нибудь объект, богатый светотенями, мы не сможем получить никаких промежуточных тонов кроме совершенно черного (за счет очень чувствительных зерен), соответствующего наиболее ярким частям объекта, и совершенно белого — для остальных (за счет нечувствительных зерен).

Такая эмульсия, которая дает изображение, бедное переходными тонами от черного к белому, называется контрастной. Эмульсия, дающая достаточно переходных полутонов, называется нормальной, и, наконец, та, на которой можно получить лишь серое изображение с большим количеством полутонов, малоразделяющихся один от другого, называется мягкой или вялой.

Контрастность эмульсий зависит от условий проявления; до известного предела она возрастает со временем проявления. Когда мы говорили выше о светочувствительности, мы имели в виду при сравнении почернения проявление до одного и того же контраста.

Величина контраста тесно связана с распределением зерен по величине: чем больше количество сортов зерен, тем больше оттенков передает эмульсия, тем менее контрастна она; при ограниченном количестве сортов зерен эмульсия будет контрастнее.

Неоднородная величина зерен связана также с их химической неоднородностью: например, крупные зерна содержат большее количество иодистого серебра, чем мелкие.

Таким образом современная эмульсия представляет очень сложную смесь различных веществ, управление

которыми до сих пор еще не находится полностью в руках производственника и научного работника.

Цветочувствительность

В настоящее время существует большое число разнообразных эмульсий, приспособленных для различных условий работы фотографа и для потребностей научной съемки.

Эмульсии можно расположить по группам. Основа деления — цветочувствительность. Не все эмульсии одинаково передают цвета. Если взять эмульсию в том виде, в каком она получается, и сфотографировать на нее цветную таблицу, то легко убедиться, что эмульсия чувствительна лишь к синей и фиолетсвой области. Сфотографировав синий, желтый и красный тона, мы получим на позитиве черно-белое изображение, где самым светлым будет синий тон, самым темным — красный и довольно темным — желтый. Между тем для глаза самым светлым кажется желтый, а самым темным — синий. Получается, что передача цветов не соответствует действительности, т. е., что эмульсия, обладающая естественною цветочувствительностью, неправильно передает тона.

Для исправления этого недостатка в эмульсию прибавляют специальные краски. Прибавлять их нужно очень немного: если считать на то серебро, которое пошло на изготовление эмульсии, то достаточно взять от 0,04 до 0,00125%, или на литр эмульсии — от 0,016 до 0,001 *г*. Такие маленькие количества отвешивать неудобно; поэтому краску сначала растворяют в большом количестве спирта и потом прибавляют соответствующее количество кубических сантиметров раствора.

Большая часть выпускаемых у нас эмульсий содержит краску — эритрозин. Очувствленные им эмульсии называются ортохроматическими; их цветочувствительность распространяется также на желтый и зеленые цвета, но они нечувствительны к красному и

почти нечувствительны к оранжевому. Ортохроматические эмульсии имеют всеобщее распространение потому, что при достаточной для практических целей цветочувствительности они могут обрабатываться при красном свете.

В том случае, когда эмульсии хотят сообщить чувствительность к красному цвету, вводят другие красители: ортохром, пинацианол, пинахромвиолет и др.; их вводится вдвое меньше, чем эритрозина. Такие эмульсии называются панхроматическими, их можно обрабатывать только при очень темном зеленом фонаре.

Насколько чувствительны панхроматические эмульсии к красному цвету, видно на рис. 4. Одни и те же предметы сняты на ортохроматических и на панхроматических пластинках. В первом случае красное стекло, загораживающее предметы, кажется не прозрачным, а во втором случае через него все видно отчетливо. Это объясняется тем, что проходящие через стекло красные лучи действуют на чувствительную к ним панхроматическую эмульсию.

Панхроматические эмульсии имеют недостаточную чувствительность к зеленому цвету, что является одновременно некоторым удобством, так как позволяет при обработке пользоваться зеленым фонарем. В тех случаях, когда важна чувствительность к зеленым лучам, применяют специальные эмульсии, чувствительные ко всем цветам; такие эмульсии называются изохроматическими.

Имеется большое число лучей, которые не воспринимаются человеческим глазом, а между тем представляют значительный практический интерес. Из них особого внимания заслуживают так называемые инфракрасные лучи, обладающие способностью проникать через легкий туман, дымку; в результате получается отчетливое изображение там, где наш глаз почти ничего не различает. Таким путем можно получать отчетливые снимки с очень больших расстояний, измеряемых иногда сотнями километров. Очувствленные к не-

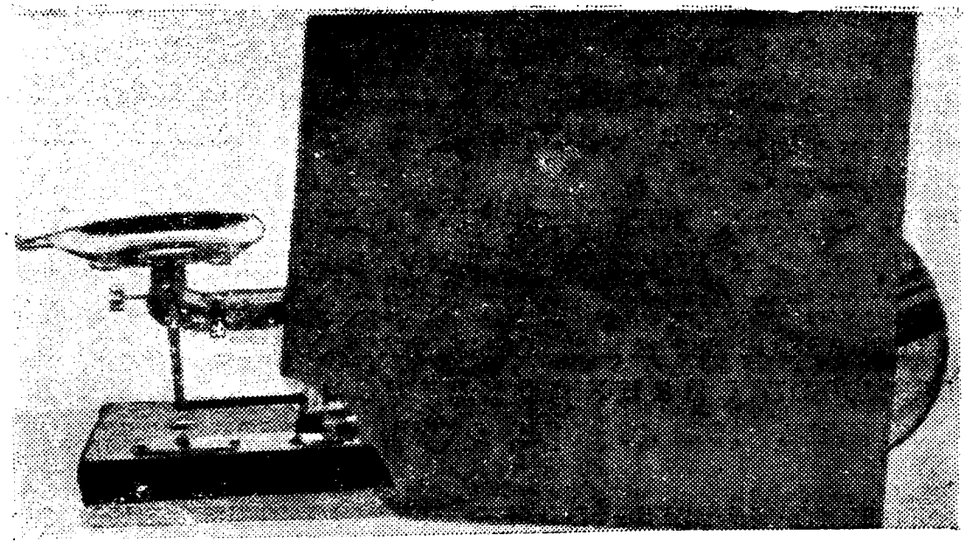


Рис. 4а. Сравнительная съемка на ортохроматической эмульсии

видимым инфракрасным лучам эмульсии называются инфрахроматическими; для получения таких эмульсий вводятся красители: криптоцианин, ксеноцианин, мезоцианин и др.

В настоящее время все типы красителей производятся в СССР.

Различие эмульсий по назначению

По своему назначению эмульсии делятся на негативные и позитивные. Первые обладают большей чувствительностью, вторые — значительно меньшей.

Каждый из этих типов эмульсий может быть приспособлен для полива на все применяемые виды подложек, но состав эмульсии приходится варьировать, так как условия нанесения ее на стекло, целлулоид и бумагу различны.

Стекло во время покрытия его эмульсией находится в горизонтальном положении, и застывание эмульсии в таком виде может продолжаться в течение большого промежутка времени. Поэтому на стекло можно наносить эмульсию, сравнительно бедную серебром, но в большом количестве. Вследствие медленного студене-

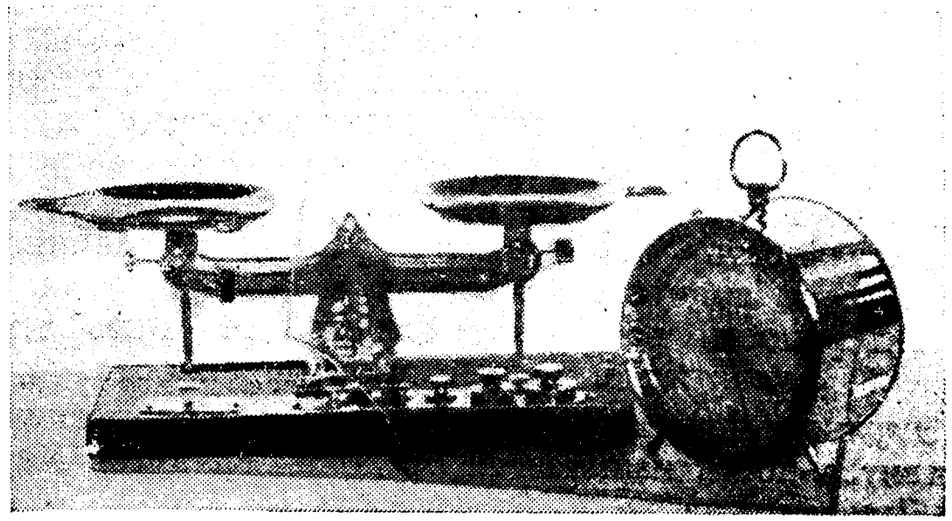


Рис. 4б. Сравнительная съемка на панхроматической эмульсии

ния эмульсии желатины можно дать до 6—8%; количество серебра колеблется в пределах от 30 до 40 *г* на литр для негативных эмульсий (считая на азотнокислое серебро, взятое для изготовления эмульсий) и от 15 до 30 *г* — для позитивных. Поливается от 350 до 450 $см^3$ эмульсии на 1 $м^2$ стекла.

Пленка и бумага поливаются в вертикальном положении, и студениться эмульсия должна очень быстро. Поэтому эмульсию наносят тонким слоем, а количество желатины увеличивают. Чтобы при тонком слое получить достаточно сочное изображение, увеличивают количество серебра (для бумаги этого делать не следует, так как изображение рассматривается не на просвет, а в отраженном свете). Количество желатины в бумажных и пленочных эмульсиях доходит до 12%, а в летнее время при мягкой желатине — даже до 14%. Количество серебра (считая на азотнокислое) в пленочной эмульсии доходит до 50—60 *г* на литр; поливается 200—250 $см^3$ на 1 $м^2$ целлулоида. В бумажных эмульсиях количество серебра доходит до 20 *г* на литр; поливается 100—150 $см^3$ на 1 $м^2$ бумаги.

Различие эмульсий по светочувствительности

Светочувствительность эмульсии может быть самой разнообразной, начиная от весьма ничтожной, требующей длительного воздействия дневного света, и кончая высокой степенью, позволяющей фотографировать моментально при обычном вечернем освещении. Светочувствительность измеряется в условных единицах, называемых градусами Хертера и Дриффильда. По чувствительности различают следующие пять типов эмульсий, принятых в нашей промышленности.

1. Эмульсии низкой чувствительности — позитивные. Чувствительность начинается от долей градусов Хертера и Дриффильда до 3—5°.

2. Эмульсии нормальной чувствительности (на фабриках эти эмульсии называются любительскими). Светочувствительность колеблется в пределах 75—125° по Хертеру и Дриффильду (в среднем 100°).

3. Эмульсии средней чувствительности (на фабриках называемые фотокоровскими). Светочувствительность— от 150 до 250° (в среднем 200°).

4. Эмульсии высшей чувствительности (фабричное название — рапид). Светочувствительность — от 300 до 500° (в среднем 400°).

5. Особо чувствительные эмульсии. Средняя чувствительность — порядка 600—800°.

Чем выше чувствительность применяемой эмульсии, тем труднее на ней работать: она менее устойчива, и очень легко получить передержку. Поэтому необходимо, чтобы каждый тип эмульсии соответствовал установленной средней величине, что облегчит потребителю ориентировку в экспозиции.

Различие эмульсий по применению

По применению светочувствительные материалы можно разделить на две группы. К первой группе — массовой продукции, необходимой очень широкому кругу потребителей и используемой для самых разнообразных целей, относятся ортохроматические и панхроматические эмульсии всех степеней чувствительности, начиная от 75° по Хертеру и Дриффильду; сюда же следует отнести диапозитивные эмульсии, т. е. такие, которые служат не для съемки, а для печатания изображений с негативов. Вторую группу составляют светочувствительные материалы, применяемые для специальных целей: специальные пластинки для репродукции, т. е. для воспроизведения тонового рисунка, а также черно-белого плоского оригинала; пластинки и пленки для рентгеновских съемок; топографические, микрофотографические, для астрономических работ и другие светочувствительные материалы.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Каков внешний вид эмульсии.
2. Как выглядит эмульсия под микроскопом.
3. Напишите реакцию:
   а) между азотнокислым серебром и бромистым калием;
   б) между азотнокислым серебром и иодистым калием;
   в) между азотнокислым серебром и хлористым натрием.
4. Что такое центры чувствительности и какова роль желатины в их образовании?
5. Как различаются эмульсии по цветочувствительности?

Глава III

Исходное сырье и схема эмульсионного процесса

Эмульсионное производство потребляет много видов сырья; некоторые требуются в столь ничтожных количествах, что на них не следует останавливаться. Зато основное сырье каждый рабочий должен знать твердо. На этих видах сырья мы и остановимся.

Желатина

Как указывалось в предыдущей главе, желатина является весьма важным сырьем, от которой в значительной степени зависит качество получаемой эмульсии.

Подытоживая все изложенное выше о желатине, можно сказать, что она играет следующую роль:

1) влияет на чувствительность эмульсионных зерен;

2) не дает галоидному серебру оседать на дно сосуда при изготовлении эмульсии;

3) является склеивающим веществом для отдельных кристаллов галоидного серебра;

4) препятствует самопроизвольному проявлению неосвещенных эмульсионных зерен.

По своему химическому составу желатина относится к малоизученному классу органических соединений, белков. Получается она путем выварки на специальных заводах костей, шкур, мездры, сухожилий и других подобных им животных отходов. Так как в процессе получения желатина никакой химической очистке не подвергается, то от сырья в желатину переходит весьма

большое количество примеси. Кроме того сама желатина, являясь неустойчивым белковым телом, частично распадается, и продукты распада остаются в готовом фабрикате, поступающем на фотофабрики.

Из сказанного видно, какой сложной и непостоянной комбинацией различных веществ является желатина; наличием этих веществ объясняется то непостоянство фотографических и физико-химических свойств желатины, с которым приходится сталкиваться всякому эмульсионеру.

В основном процесс получения желатины сводится к выварке в воде упомянутого сырья. Но, прежде чем подвергнуть сырье выварке, необходимо его подготовить. Для этой цели кости сначала обезжиривают в специальных экстракционных аппаратах, обычно при помощи бензина. Обезжиренная кость состоит из минеральной части, представляющей фосфорные соединения кальция, и органической, называемой оссеином. Для желатинового производства необходима только эта последняя часть. Поэтому минеральная часть удаляется, для чего обезжиренную кость обрабатывают раствором соляной кислоты. Этот процесс называется м а ц е р а ц и е й. Мацерированная кость мягка и прозрачна, как хрящ; она отмывается от кислоты водой, потом обрабатывается известковым молоком и после этого пригодна для выварки.

Кожевенное сырье (мездра, шкуры и т. д.) предварительно обрабатывается известковым молоком для того, чтобы удалить с кожи все посторонние вещества. Это длительный процесс (золка), сильно влияющий на качество желатины. Обычно золка должна протекать от одного до трех месяцев. После золки и основательной промывки сырье готово для выварки.

Дальнейшая обработка как кожевенного, так и костяного сырья почти одинакова. Подготовленное сырье загружается в выварочные чаны большой емкости (1 000—2 000 *л*), заливается водой и нагревается паром. Для изготовления фотожелатины нагревание ведут до 55—70°; получается бульон, который сливают, нали-

вают опять воды, нагревают вновь и т. д.; обычно для фотожелатины применяют первые два слива и производят особенно тщательную последующую обработку.

Слитые бульоны фильтруют и выварива́ют в вакуум-аппарате (так называются аппараты, работающие под уменьшенным давлением) до концентрации 6—9%. Далее бульон студенят в особых формах. Полученные в последних большие куски студня режутся на мелкие плитки и на вагонетках отвозятся в сушилку. После сушки получаются всем известные листы желатины.

Эмульсионера интересуют прежде всего следующие свойства желатины:

1) внешний вид — листы должны быть тонкие, прозрачные, бесцветные, без запаха и плесени;

2) набухаемость — свойство желатины впитывать воду и увеличиваться в объеме; обычно желатина вбирает воды (при 18°) от 700 до 1 000%; при большом впитывании воды желатина менее удобна для применения, так как эмульсия будет сильно набухать;

3) крепость студня — она определяется тем грузом, который продавливает студень определенного процентного содержания (10%); чем выше крепость студня, тем он лучше; хорошие сорта выдерживают нагрузку в 1 *кг* и выше в специальном приборе.

4) температура, при которой 10% раствор плавится и студенится: хорошая желатина должна плавиться при температуре не ниже 30°, а застывать при температуре не ниже 25°; такую желатину следует применять летом, когда вследствие жары эмульсия плохо студенится; зимой можно применять желатину и с худшими показателями.

Желатина является стандартизованным продуктом; в стандарте совершенно точно указано, какими свойствами она должна обладать и как эти свойства определить.

С каждой новой желатиной следует проводить опытные варки эмульсии, чтобы определить ее активность.

серебро

Азотнокислое серебро (на производстве называемое просто серебром) получается путем растворения металлического серебра в азотной кислоте и последующего выпаривания полученного раствора. По внешнему виду оно представляет белые пластинчатые кристаллы без запаха или с незначительным запахом азотной кислоты. Серебро должно храниться в стеклянных банках с такими же пробками, причем особенно следует оберегать серебро от попадания в него бумажек, пыли и других органических примесей, так как от этого оно разлагается с выделением черного металлического серебра. По той же причине не следует его брать голыми руками, — на руках остаются черные пятна; нельзя насыпать его мокрым совком.

Азотнокислое серебро хорошо растворяется в воде и спирте.

Если необходимо узнать, действительно ли в банке находится азотнокислое серебро, — надо взять один кристаллик, положить в пробирку, растворить в дистилированной воде и добавить раствора поваренной соли. При этом должен получиться весьма значительный хлопьевидный осадок хлористого серебра. В том, что это именно осадок серебра, — можно убедиться, добавив в пробирку нашатырного спирта: осадок должен совершенно раствориться.

Галоидные соли

Соли, содержащие бром, иод или хлор, как-то бромистый калий, иодистый калий, хлористый натрий, называются галоидными солями.

По внешнему виду они представляют бесцветные кристаллы, без запаха, присылаются и хранятся в стеклянных или глиняных банках со стеклянными или корковыми пробками. Все они хорошо растворяются в воде. При изготовлении эмульсий берут всегда избыток галоидных солей по сравнению с теоретически

необходимым количеством. Этот избыток влияет на форму и величину кристаллов. Теоретически на 1 *кг* азотнокислого серебра необходимо (в килограммах): бромистого калия — 0,7, бромистого аммония — 0,576, иодистого калия — 0,971, хлористого натрия — 0,334, хлористого аммония — 0,315.

Избыток каждого из этих веществ колеблется в зависимости от принятого рецепта.

Для определения этих солей следует растворить их в пробирках и прибавить раствор азотнокислого серебра в дистилированной воде. При этом во всех пробирках получится хлопьевидный осадок. Там, где был хлористый натрий, аммоний или калий, осадок будет белый; бромистые соли дадут желтый осадок, а иодистые — ярко желтый. В нашатырном спирте белый осадок растворится очень легко, желтый — гораздо труднее, а ярко желтый почти не растворится.

Нашатырный спирт

Нашатырный спирт, представляющий собою 25% раствор аммиака и в производстве часто носящий название последнего, применяется при изготовлении эмульсии, так как способствует быстрому и сильному увеличению чувствительности.

Аммиак в чистом виде представляет бесцветный газ с острым запахом, жадно растворяющийся в воде. Получается аммиак на газовом заводе как побочный продукт газового производства. Часть азота, который содержится в каменном угле, вместе с водородом последнего дает газ — аммиак, который после очистки улавливается и растворяется в воде. В последнее время все более распространяется метод получения аммиака из азота воздуха и водорода путем соединения их под большими давлениями.

При обращении с аммиаком следует соблюдать осторожность, так как вдыхание его в больших количествах вредно влияет на организм. По той же причине посуду с ним следует держать закрытой и все операции проводить под вытяжным шкафом. Помимо вредного влияния на организм он отрицательно влияет (вызывает вуаль) на готовую продукцию; поэтому, если в фабричных помещениях появился запах аммиака, создается угроза производству.

Ввиду того, что нашатырный спирт обладает острым характерным запахом, для его определения не требуется никаких специальных реакций. Можно лишь отметить следующее явление: если красную лакмусовую бумагу подержать над аммиаком, она резко синеет.

Красители

Как указывалось выше, для улучшения цветочувствительности эмульсии, в нее прибавляют красителей. Наиболее употребительными красителями являются;

1) эритрозин — порошок кирпично-красного цвета; легко растворяется в воде и спирте; раствор получается темнокрасного цвета: обычно растворяют 1 *г* в 100—500 *см*³ воды; применяется для получения ортохроматических эмульсий;

2) ортохром Т — маленькие зеленые иглы с бронзовым блеском; хорошо растворяются в спирте (1 *г* на 100—500 *см*³), давая вишнево-красный раствор; применяется для панхроматических эмульсий;

3) пинацианол — по внешности напоминает ортохром; растворяется в спирте, давая сине-фиолетовый раствор; применяется для панхроматических эмульсий;

4) криптоцианин — золотисто-зеленый кристаллический порошок; растворяется в спирте (1 *г* на 1000—2000 *см*³), раствор имеет бирюзово-синий цвет; применяется для получения эмульсий, чувствительных к невидимым инфракрасным лучам.

Вода

Вода в эмульсионном цехе имеет очень широкое применение. Она служит для составления исходных растворов и для промывки эмульсий. Для растворов употребляют только дистилированную воду, для про-

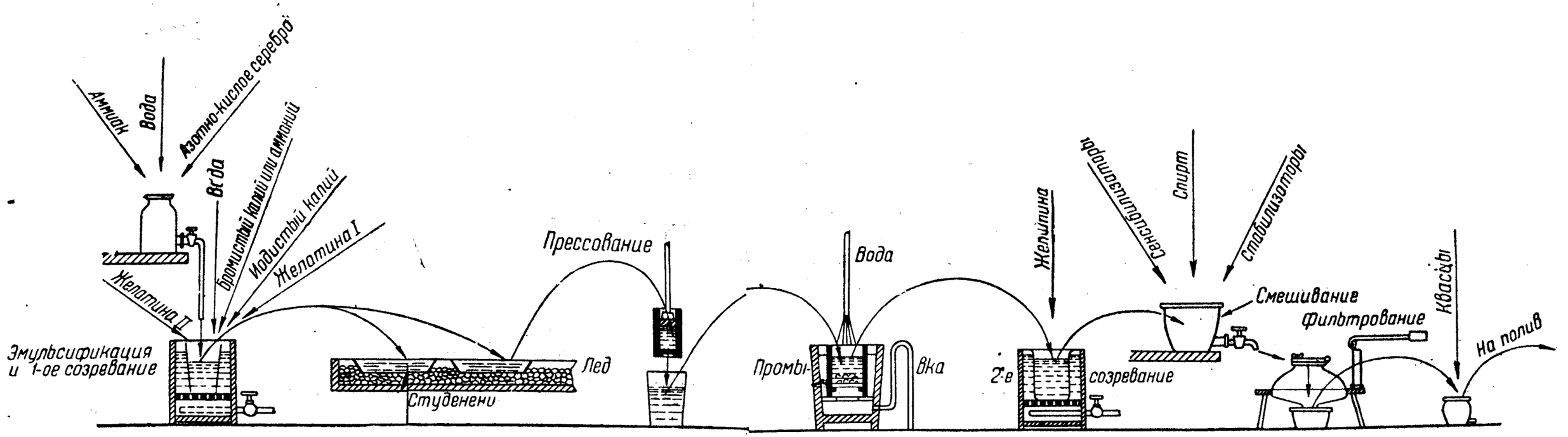


Рис. 6. Схема эмульсионного процесса

мывки — обыкновенную водопроводную. Так как эмульсия представляет весьма неустойчивое вещество, легко подвергающееся всяким посторонним влияниям, то чистота применяемой воды играет важную роль.

Обыкновенная вода, применяемая для промывки эмульсий, содержит в себе в растворенном виде различные соли и газы; кроме того она может содержать еще нерастворимые загрязнения — пыль, ржавчину, микроорганизмы и т. д. Часть этих примесей и загрязнений не оказывает влияния на эмульсию, часть мало влияет; некоторые же примеси могут эмульсию портить. Поэтому к воде, идущей для промывки, предъявляют определенные требования: она должна быть совершенно прозрачной, без цвета и запаха.

Наличие в воде тех или иных химических веществ может быть определено только путем сложного химического анализа. Из таких веществ укажем углекислые и сернокислые соли: от бо́льшего или меньшего наличия их зависит жесткость воды. Вода, не содержащая

указанных солей, называется мягкой, такова дождевая и ледниковая вода. Умеренная жесткость воды вредного влияния на эмульсию не оказывает; очень жесткая вода может повести к образованию налетов на сухом эмульсионном слое.

В воде не должно содержаться аммиака, азотистой кислоты, следов сероводорода, больших количеств хлора. Все эти примеси оказывают на эмульсию вредное воздействие, а сероводород — даже губительное (образует вуаль). Поэтому для промывки следует применять воду хорошо известного состава, предварительно профильтрованную.

Фильтрацией называется отделение от воды нерастворимых в ней примесей; для этого воду пропускают через какой-либо пористый слой — фильтровальную бумагу, материю, слой песка или какие-либо другие специально сделанные фильтры. Если в обыкновенной воде растворять азотнокислое серебро, то получится мутный раствор, так как содержащийся в

воде хлор и хлористые соединения дадут муть хлористого серебра. Поэтому для растворения всех веществ, применяемых в эмульсионном производстве, пользуются только дистилированной водой.

Дистилированной называют такую воду, которая очищена перегонкой и не содержит никаких минеральных и органических примесей. Для перегонки применяют перегонные кубы, куда поступает водопроводная вода. Она нагревается до кипения, пары собираются и охлаждаются. Так как соли не отличаются летучестью, то они остаются в кубе, а из водяных паров получают совершенно чистую воду.

Перегонные аппараты бывают весьма различной конструкции. На рис. 5 представлен один из типичнейших перегонных аппаратов для воды. *A* — куб, где кипятится вода, нагреваемая паром, входящим через вентиль; выделяющиеся при кипении пары воды поднимаются по трубе *C* и охлаждаются в холодильнике *D*, дистилированная вода вытекает по *E*. Пар охлаждаясь в холодильнике, отдает свою теплоту охлаждающей его воде; последняя сильно нагревается и по трубам *H* входит в куб **A** для испарения. Употребляемый в этом аппарате холодильник *D* имеет вид змеевика, вставленного в цилиндр; внутри змеевика идут пары, а снаружи он омывается водой, которая поступает снизу, а уходит сверху.

Иногда просто пар, идущий на производство, охлаждают и переводят в воду.

При перегонке воды необходимо следить, чтобы из холодильника поступала действительно чистая вода, не содержащая примеси. Для этого надо время от времени, набрав воды в пробирку, капнуть туда одну-две капли азотнокислого серебра; если вода чистая, то никакого изменения при этом не наблюдается; если же вода содержит примеси, то образуется муть. Вода может вытекать недостаточно очищенной в том случае, если кипение протекает очень энергично и наблюдается забрызгивание воды в холодильник. После чист-

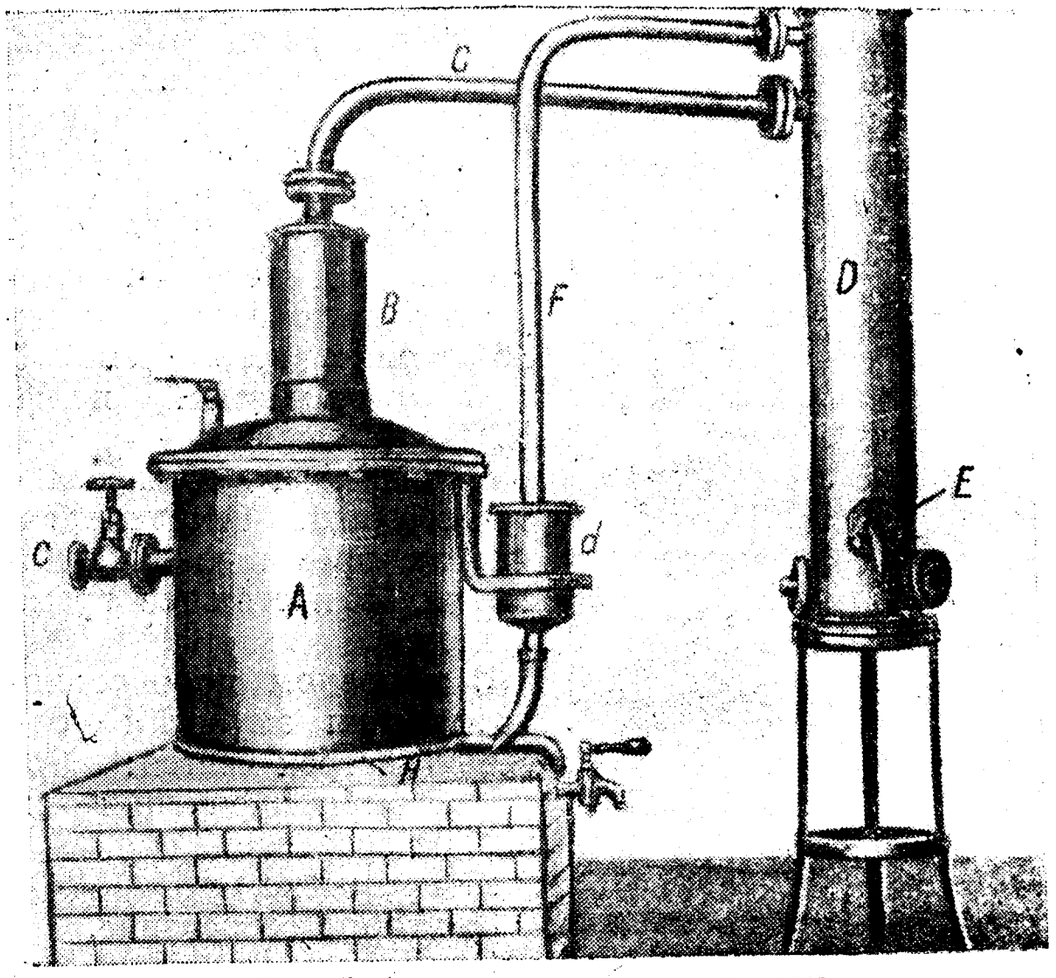


Рис. 5. Аппарат для перегонки воды

ки аппарата вначале всегда пойдет грязная вода.

Надо твердо помнить, что во всех случаях эмульсионной практики, за исключением промывки и мытья посуды, следует брать только дистилированную воду.

Схема эмульсионного процесса

Как выше указывалось, процесс получения эмульсии сводится к осаждению твердых кристаллов галоидного серебра в желатиновой среде. Так как основные свойства эмульсии зависят от степени неоднородности поверхности кристалла, от величины зерна, от распре-

деления зерен по классам, — необходимо стремиться к тому, чтобы, насколько позволяют наши познания, управлять этими моментами. Эмульсионеры, исходя из практических наблюдений, опытным путем установили технологический процесс, который, — как это впоследствии подтвердилось специальными исследованиями, проведенными в Научно-исследовательском кинофотоинституте (НИКФИ) под руководством проф. К. В. Чибисова, — вполне рационален и объясним с точки зрения тех теоретических представлений, которые в настоящее время имеются.

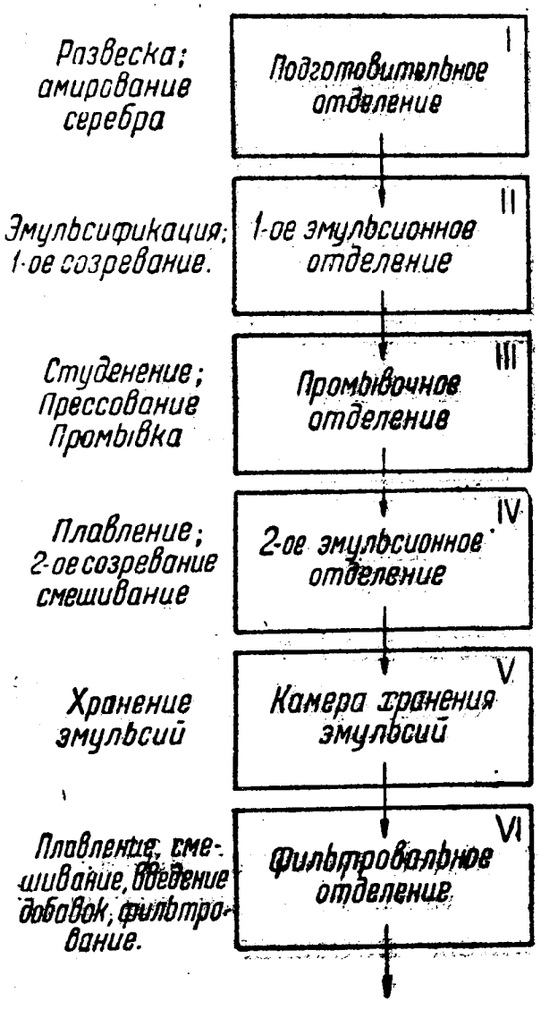


Рис. 7. Схема внутреннего деления эмульсионного цеха

В основном процесс изготовления эмульсий состоит из трех частей:

1) эмульсификация и первое созревание,

2) промывка,

3) второе созревание.

Эти основные операции, характеризующиеся определенными физико-химическими изменениями эмульсионных зерен, соединены промежуточными вспомогательными операциями, каковыми являются: студенение, резка, хранение, фильтрование и т. д.

Наглядная схема всего процесса представлена на рис. 6. Следует отметить, что аммиак вводится не прямо в эмульсию, а в раствор азотнокислого серебра.

Разделение цеха на отдельные помещения соответствует схеме, приведенной на рис. 7.

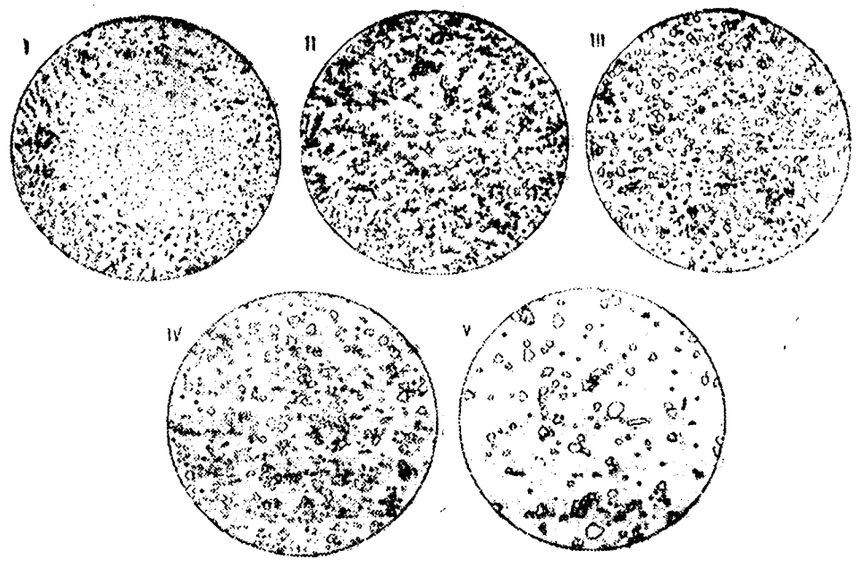


Рис. 8. Рост зерен в процессе созревания

Как видно, процесс довольно сложен. Разберем научную необходимость всех указанных операций.

Эмульсификацией называется процесс смешивания азотнокислого серебра, в которое добавлен уже аммиак, с галоидными солями, например бромистым, иодистым калием. Необходимость этого процесса вполне понятна из изложенного выше.

Первым созреванием называется процесс выстаивания эмульсии при определенной температуре в течение определенного времени.

При эмульсификации образуются очень мелкие кристаллы галоидного серебра, причем сначала выделяется иодистое серебро и на выделившиеся кристаллы начинает откладываться бромистое серебро. Полученные при эмульсификации кристаллы галоидного серебра очень мелки и малочувствительны; после эмульсификации в полученной эмульсии кроме кристаллов галоидного серебра находятся также аммиак и избыток бромистого калия. Это способствует тому, что полученные при эмульсификации кристаллы галоидного серебра меняют свою форму: очень мелкие зерна растворяются, и растворившееся вещество откладывается

на более крупных зернах, еще более увеличивая их размеры. Таким образом при первом созревании происходит процесс роста эмульсионных зерен, а следовательно и рост чувствительности. Процесс роста зерен, который можно проследить под микроскопом, показан на рис. 8: снимок I сделан тотчас после смешивания, II — через 5 мин., III — через 20 мин., IV — через 35 мин., V — через 50 мин.

Как видно из этих снимков, процесс роста зерен заканчивается через 20—35 мин., но рост чувствительности не прекращается; поэтому первое созревание для высокочувствительных эмульсий ведется гораздо дольше. Чувствительность зависит от числа и величины чувствительных центров, а образование последних происходит вследствие осаждения на поверхности кристаллов различного рода веществ.

Это осаждение начинается с первого момента эмульсификации, но вследствие того, что поверхность зерен все время меняется, чувствительные центры закрываются новыми отложениями бромистого серебра. После же того, как рост зерен прекратится и они окончательно сформируются, откладывающиеся чувствительные центры дадут весьма значительный эффект. Однако доводить эмульсию до максимальной чувствительности при первом созревании нельзя, так как такие энергичные вещества, как аммиак и избыточное количество бромистого калия, могут чрезвычайно сильно нарушить целостность поверхности кристаллов, и зерна будут проявляться без предварительного освещения. Такое произвольное проявление эмульсионных зерен без предварительного освещения называется вуалированием. Таким образом длительное первое созревание может повлечь вуалирование эмульсии; во избежание последнего созревание необходимо закончить в более мягких условиях, а для этого надо удалить из эмульсии аммиак и бромистый калий, что достигается путем промывки, которая в свою очередь требует застуденения эмульсии и измельчения ее.

Студенением эмульсии называется выдерживание ее на льду и получение при этом твердого студня. Процесс созревания в студне почти прекращается.

Измельчение (прессование) эмульсии — продавливание при помощи пресса через решетку, в результате чего эмульсия принимает вид червяков.

Промывка эмульсии — удаление из студня всех примесей. После промывки эмульсия состоит из кристаллов галоидного серебра, взвешенных в растворе желатины.

Плавление и второе созревание эмульсии имеют целью повышение чувствительности за счет более равномерного и более замедленного образования чувствительных центров. При этой операции никакого изменения формы зерен не наблюдается.

Последней операцией является подготовка эмульсии к поливу.

Описанный схематично процесс изготовления эмульсий является типовым. В зависимости от свойств изготовляемой эмульсии он может меняться: отдельные операции и виды сырья могут отпадать. В основном все же этот процесс сохранен на всех фабриках, и в него вносятся лишь небольшие изменения в соответствии с применяемым рецептом.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Что такое дистилированная вода и как определить степень ее чистоты?
2. Назовите все стадии эмульсионного процесса.
3. Что называется вуалью в эмульсиях?

Глава IV

Подготовительное отделение

В подготовительном отделении все проводимые операции сводятся к следующим моментам:

1) мытье посуды,
2) получение дистилированной воды,
3) дозировка материалов,
4) растворение сырья и аммирование серебра.

Сосуды для изготовления эмульсий

Для того, чтобы застраховать себя от возможной порчи значительных количеств эмульсий, последние приготовляют обычно небольшими партиями — по 50 *л*.

В настоящее время мы уже настолько овладели эмульсионным делом, что без риска могли бы допускать производство и более крупных порций, но старые фабрики к этому не приспособлены, и лишь на новой Казанской кинопленочной фабрике запроектировано изготовление эмульсии порциями по 500 *л*.

Для изготовления эмульсии до сих пор служат цилиндрические металлические сосуды или глиняные горшки (рис. 9) емкостью до 70—80 *л*, так что полезная емкость их—50 *л*.

Металлические сосуды применяются или из чистого никеля или медные высеребренные. Никакие другие металлы не используются ввиду вредного влияния их на эмульсию. Но и серебро, и никель не совсем хороши, так как на внутренней поверхности сделанных из них сосудов появляется темный налет. В настоящее время в НИКФИ введена нержавеющая сталь. Этот

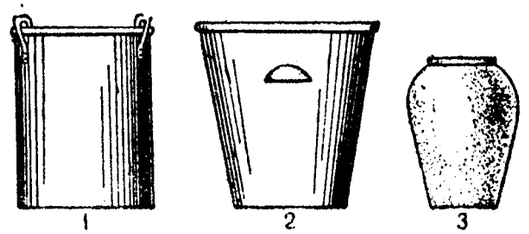


Рис. 9. Различные типы сосудов для эмульсии

металл выдерживает эмульсию лучше, чем никель и серебро, но он еще только внедряется в производство.

Не имея гарантированного устойчивого металла, промышленность принуждена пользоваться глиняными или иногда фаянсовыми горшками. Глиняные горшки крайне неудобны: они тяжелы, хрупки и, — что особенно важно, — проводят тепло гораздо хуже, чем металлические (глина проводит тепло примерно в 90 раз хуже, чем медь, и в 500 раз хуже, чем серебро); поэтому студенение эмульсии, плавление ее и подогрев растворов крайне затягиваются. Кроме того глиняные сосуды, как имеющие не вполне гладкие стенки, трудно отмываются.

Между тем посуда для эмульсии должна быть идеально чистой. Если вследствие плохой мойки на стенках горшков остаются хотя бы небольшие следы эмульсии, они могут скверно повлиять на новую эмульсию; так как мытье производится на свету, неотмытая эмульсия будет засвечена и даст начало вуали в новой эмульсии. Поэтому производить мойку надо очень тщательно горячей водой (холодная не может растворить остатки эмульсии).

Для мытья применяют обычно деревянные окоренки, овальные, на высоких ножках — такого типа, как для стирки белья. Над окоренком имеются краны с горячей и холодной водой. Мойку следует производить так: сначала наливают в горшок немного горячей воды (четверть по высоте), споласкивают его стенки и выливают воду в стоящий рядом специальный чанок. Делается это для того, чтобы сберечь галоидное се-

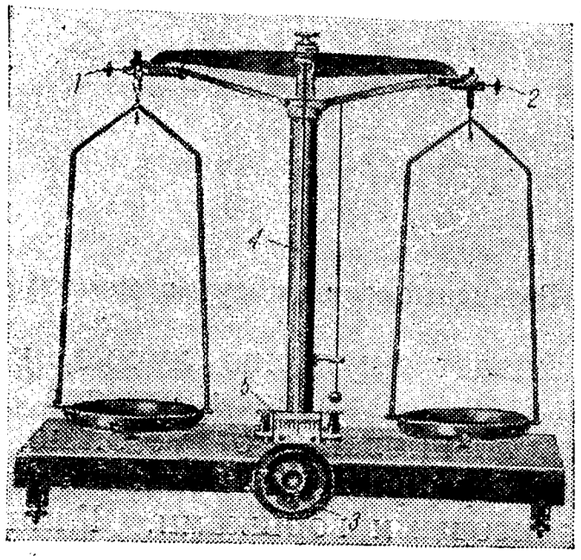


Рис. 10. Технохимические весы

ребро, находящееся на стенках горшка. После того, как почти все серебро будет слито, наливают в горшок не слишком горячей воды (чтобы рука терпела) и тщательно моют стенки, время от времени просматривая поверхность, чтобы удалить с нее даже малейшие крупинки эмульсии. Убедившись, что горшок чист, его споласкивают дистилированной водой и ставят на решетчатую полку вверх дном для стекания. Никогда не следует скрести горшок внутри металлическим предметом, так как от этого металлы царапаются, а в глиняной посуде отскакивает глазурь и она приобретает матовую пористую поверхность, которую совершенно чисто от эмульсии отмыть нельзя. При мытье следует осторожно обращаться с посудой, помня, что глиняная посуда легко бьется, а металлическая может смяться.

У всех горшков внутренняя поверхность должна быть совершенно гладкой, однородной и чистой. Если на горшке будут замечены темные пятна или выбоины, надо немедленно об этом заявить эмульсионеру.

При мытье посуды следует одевать резиновый фартук, предохраняющий одежду работающего от намокания.

Дозировка материалов

Дозировкой называется отвешивание или отмеривание определенного количества материалов. Твердые материалы отвешиваются на весах, жидкие отмериваются при помощи особой измерительной посуды.

Количества вещества от 200 до 500 *г* и больше отвешиваются на обыкновенных столовых весах. Для меньших порций, когда требуется более точная навеска, например для отвешивания иодистого калия, красителя и т. д., следует применять более точные — так называемые технохимические весы, позволяющие отвешивать с точностью до 0,01 *г*.

Первый тип весов каждому известен — это обычные торговые весы. Второй тип весов изображен на рис. 10. Это обыкновенные по виду весы, чашки которых подвешены на коромысле, укрепленном на стойке. Поворачивая ручку *3*, называемую аретиром, поднимают коромысло, и оно начинает свободно колебаться, — в таком положении и производится взвешивание. Когда взвешивание закончено, коромысло опускается, и чашки весов приходят в спокойное состояние. Делается это для того, чтобы те призмочки, на которых подвешены коромысло и чашки, не изнашивались. Класть на весы предмет и гири следует, только опустивши коромысло. Гаечки *1* и *2* служат для регулирования весов и приведения их в равновесие. Для скорости взвешивания нет необходимости ждать, когда стрелка *4* успокоится; обычно смотрят по шкале *5*, на сколько делений стрелка отклонится влево или вправо: если число делений одинаково, — вес правилен, если в одну сторону больше,—вес не точен. Предварительно весы необходимо выверить и установить при помощи гаек 1—2 так, чтобы в ненагруженном состоянии колебания стрелки в обе стороны были одинаковы.

Как с торговыми, так и с технохимическими весами следует обращаться очень бережно и аккуратно, помня, что весы точный инетрумент, помогающий в работе тогда, когда за ним

ухаживают, и портящий дело, когда он в забросе. Не только весы, но и гирьки к ним, или, как говорят, разновес, следует беречь. Вот те правила, которые при обращении с весами необходимо соблюдать:

1. Весы должны стоять всегда на одном и том же месте.

2. Весы и разновесы должны быть всегда чистыми и не должны иметь ржавых пятен.

3. Никогда не следует класть на весы мокрые предметы.

4. Никогда не следует класть предметы прямо на чашки весов: необходимо положить бумагу и ее уравновесить или отвешивание производить в определенной таре.

5. Предмет всегда надо класть на левую чашку весов, а гири на правую.

6. Прежде чем взвешивать, надо посмотреть, как качается стрелка; если весы сбились, надо сказать об этом эмульсионеру; самому же подкручивать винтики не следует.

7. Разновес для технохимических весов следует брать пинцетом.

Обыкновенно желатина берется пачками: каждая пачка 500 г.

Рабочий, производящий подготовку желатины, должен соблюдать следующее:

1. Брать точно те самые серии, которые указаны эмульсионером.

2. Если в одной и той же серии попадаются пачки различного внешнего вида (различного цвета, разной толщины листов и т. д.), — указывать на это эмульсионеру.

3. Тщательно следить, чтобы вместе с желатиной в эмульсионный котел не попали посторонние предметы: веревочки, проволочки, гвоздики, мусор и т. д.

4. Если на желатине обнаружатся сырые места, плесень, дурной запах, — сообщать об этом эмульсионеру.

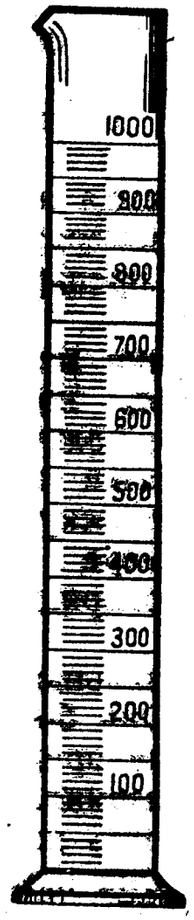


Рис. 11. Менаурка

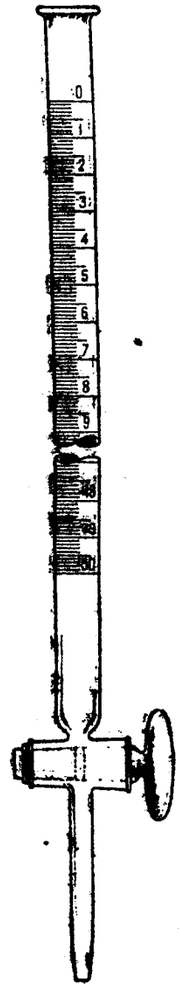


Рис. 12. Бюретка

5. Не разламывать и не выкидывать тару от желатины.

6. Хранить желатину в сухом, чистом помещении.

Для остального сырья необходимо иметь точно взвешенные коробочки: для каждой соли свою коробочку; точно так же необходимо иметь для каждой соли свой совочек для насыпания.

При взвешивании необходимо всегда себя проверять; для этого, снимая гири с чашки, следует их еще раз подсчитать. Надо твердо помнить, что ошибка при взвешивании может повести к порче

эмульсии или нежелательным показателям ее качества.

При пользовании солями следует придерживаться следующих правил:

1) применять только проверенный в лаборатории продукт;

2) в случае отступления внешнего вида продукта от нормы ставить в известность эмульсионера;

3) не смешивать совки от одного препарата с совками от другого.

Взвешенные соли следует немедленно пересыпать в сосуд для растворения. В том случае, когда приходится иметь дело с очень небольшим количеством веществ, — например квасцами, бромистым литием, красителями и т. д., — выгоднее взять навеску побольше, приготовить раствор и из него по мере надобности отмеривать. В этом случае сложная операция взвешивания заменяется отмериванием.

Для отмеривания существует специальная посуда — так называемые мензурки (рис. 11). Они бывают в виде цилиндра и в виде конуса. Первые предпочтительнее, так как дают более точные показания. В мензурке, как и во всякой посуде, поверхность жидкости не строго горизонтальна; около стенок она приподнята с краев. Измерение следует производить так, чтобы середина поверхности приходилась против метки.

Для очень точных отмериваний применяются бюретки, изображенные на рис. 12.

Растворение сырья

Отвешенное сырье сейчас же растворяют. Азотнокислое серебро с весов высыпается в стеклянную банку; туда же из мензурки наливают определенное количество воды. Серебро быстро растворяется. Необходимо, чтобы раствор был прозрачен. После этого помещают банку с раствором под тягу и начинают туда вливать нашатырный спирт. Сначала вся жидкость чернеет, так как выпадает гидрат серебра черного цвета. Потом

гидрат соединяется с новыми порциями нашатырного спирта и растворяется. Нашатырного спирта прибавляют столько, чтобы весь осадок растворился.

Эта операция прибавления аммиака называется аммированием и является весьма ответственной, так как лишнее количество аммиака сверх необходимого для аммирования вредит эмульсии. Поэтому некоторые эмульсионеры предпочитают аммирование не доводить до конца, а легкую муть нерастворившегося серебра отфильтровывать. Можно применять для эмульсий малоаммированное серебро, т. е. совсем черный мутный раствор, но, чем меньше аммирование, тем меньше чувствительность эмульсий.

Для фильтрования служит воронка, в которую закладывается кусочек ваты. После фильтрования вату следует немедленно ликвидировать, предварительно хорошо омыв водой от следов серебра. Дело в том, что непромытая ватка, пропитанная раствором аммированного серебра, при высыхании взрывается.

По окончании аммирования, если оно полное, не должно остаться никаких следов мути; жидкость не должна пахнуть аммиаком. Аммирование серебра проводится с целью связать аммиак. Прибавление аммиака в другие моменты изготовления эмульсий менее выгодно, так как при этом получается меньшая чувствительность.

Рабочий, подготовляющий серебро для эмульсии, должен соблюдать следующие правила:

1) следить, чтобы употребляемая серия имела анализ лаборатории;

2) следить, чтобы банки с серебром были закрыты стеклянными пробками и чтобы они не оставались открытыми;

3) при сильном запахе или почернении серебра обратить на это внимание эмульсионера;

4) при насыпке и развеске серебра одевать резиновые сухие перчатки;

5) развешивать только при помощи чистого сухого фарфорового совка или ложки.

При обращении с аммиаком следует:

1) следить за наличием предварительного испытания;

2) при наличии желтизны или постороннего запаха сообщать эмульсионеру;

3) держать бутыль всегда закрытой;

4) проводить все манипуляции с аммиаком под вытяжным шкафом и как можно быстрее.

С остальными веществами поступают проще; они прямо с весов насыпаются в тот сосуд, в котором производятся эмульсификация и первое созревание.

Туда же загружается и желатина.

Затем наливается отмеренное количество дистилированной воды, смесь подогревается до нужной температуры; при этом все должно раствориться. Обычно на эту операцию уходит от 20 до 60 мин., не считая того времени, которое затрачивается на разогревание.

Некоторые эмульсионеры придерживаются иного порядка растворения: сначала растворяют желатину, потом соли; иногда растворенной желатине дают постоять, полагая ошибочно, что такое выстаивание освобождает активаторы из желатины и тем способствует повышению чувствительности.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. К чему сводятся правила обращения с технохимическими весами?
2. Как надо обращаться с желатиной?
3. Как следует обращаться с серебром и аммиаком?

Глава V

Первая эмульсионная

Оборудование

Первая эмульсионная комната служит для проведения эмульсификации и первого созревания. Так как в основном здесь все сводится к нагреванию, то оборудование цеха состоит из ванн, которые обогреваются паром; в эти ванны вставляются варочные горшки.

Так как работа ведется в темноте, то необходимо, чтобы помещение было свободным, не имело никаких уступов и нагромождений. Пол должен быть плиточный, ибо такой пол не портится при разливании жидкости. Стены должны быть окрашены светлой масляной краской, чтобы можно было легко стирать с них пыль. Для удаления аммиака, выделяющегося при эмульсификации и созревании, над ваннами устраивают колпаки, соединенные с вентилятором. Цех должен иметь белый свет, который необходим, пока идут приготовления, и красный. Последний должен быть так расположен, чтобы им можно было освещать весь цех; кроме того необходимы переносные фонари для наблюдения за каждым горшком.

Ванны, или, как их называют, водяные бани, бывают двух типов: большие общие бани, в которые ставится несколько горшков, и более мелкие, приспособленные только для одного горшка. На рис. 13 приведен чертеж установки на несколько горшков. Ванна *1* — бетонная, но может быть и деревянная, обложенная оцинкованным железом. Она имеет сток *2* для спуска воды; для того, чтобы ванна не переполнялась, служит отводная трубка *3*. На решетчатый настил *4* ставятся

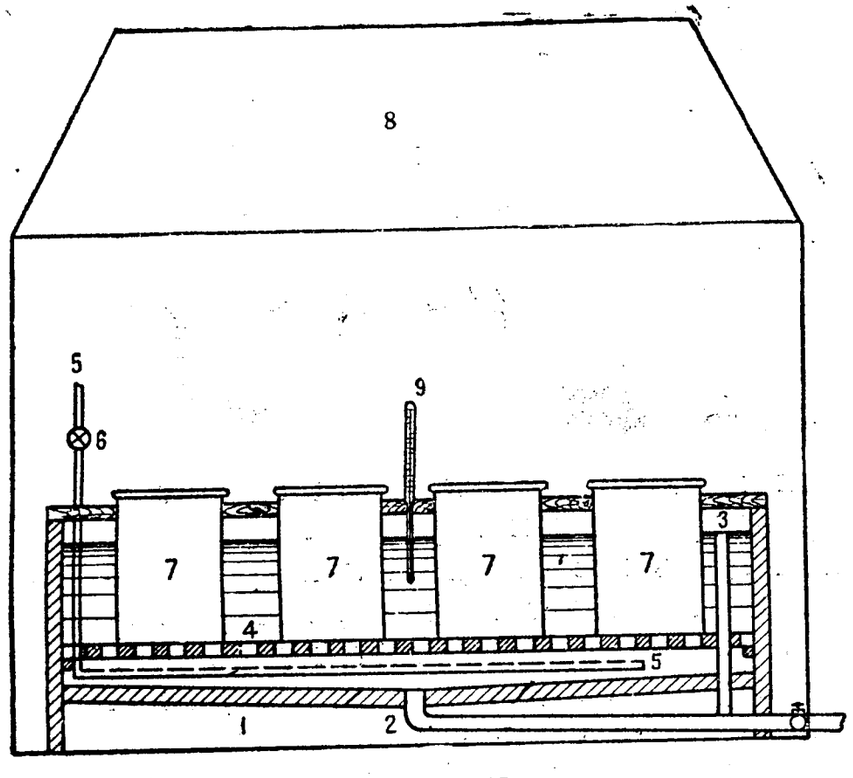
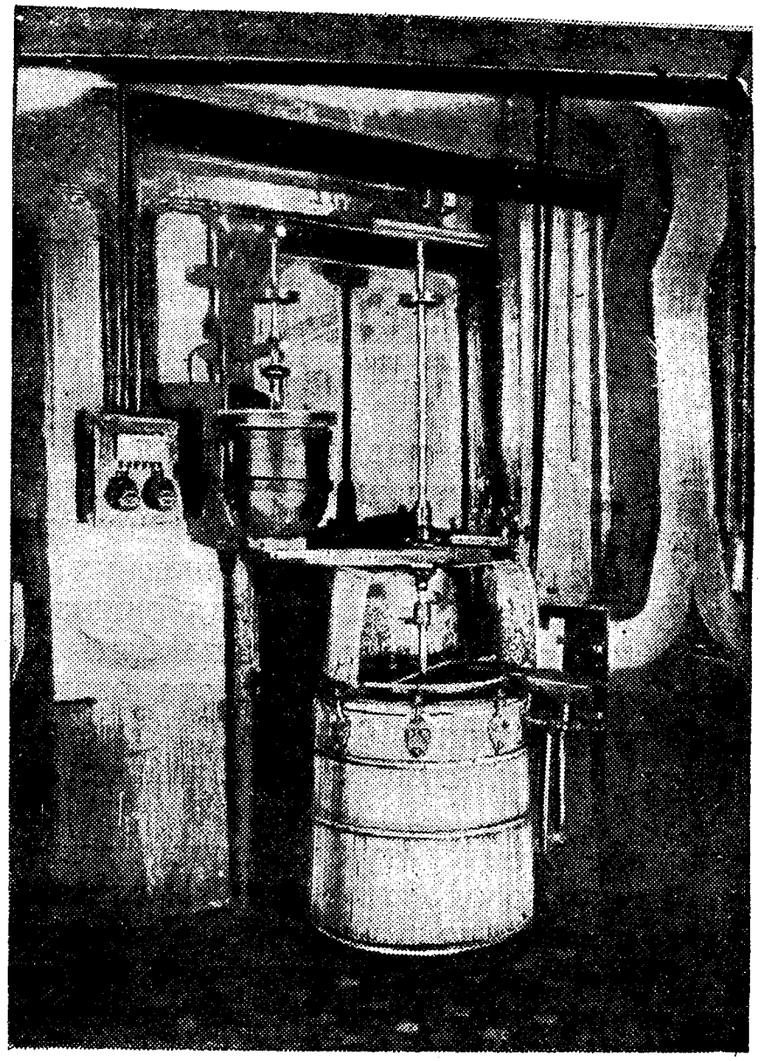


Рис. 13. Водяная баня для первого созревания на 4 горшка

эмульсионные горшки. Обогревание производится трубою *5*, в которую пар пускается при помощи вентиля *6*. Вставленные в ванну горшки *7* не всплывают вследствие своей тяжести. Колпак *8* является вытяжкой для аммиака. Аналогично оборудованы ванны и для отдельных горшков (рис. 14). На фабриках подогревание производится просто через открытую или продырявленную трубу, и вода в ванне перемешивается веслом. На фабрике № 4 пар пускается через форсунку, вследствие чего вода перемешивается.

Измерение температуры производится при помощи термометров (градусников) (рис. 15, и 9 на рис. 13). Термометр состоит из узкой трубки, имеющей на конце расширение со ртутью и прикрепленной к шкале, на которую нанесены градусы; все это заключено в более широкую трубку. Так как при созревании почти не приходится иметь дело с температурами выше 55°, то



14. Водяная баня для первого созревания на один горшок.

следует применять термометры с делениями не выше 70—100°. Необходимо, чтобы деления термометра были крупными для более легкой видимости даже при слабом красном свете. Иногда термометры помещают перед красным стеклом маленького фонарика, что облегчает наблюдение температуры.

Для того, чтобы стеклянные термометры не бились, они помещаются в деревянную оправу. Ванна имеет в зависимости от длины один или несколько термомет-

Рис. 15. Термометр

ров. Кроме укрепленных термометров, должны быть и переносные для измерения температуры внутри варочных горшков; их можно освещать карманными электрическими фонариками, стекло которых закрыто красной бумагой.

Температура должна поддерживаться очень точно в соответствии с указанием эмульсионера. Отклонение от заданной температуры хотя бы на один градус очень сильно сказывается на фотографических свойствах эмульсий. В ванне всегда надо поддерживать температуру выше, чем та, которая должна быть в варочном котле. Для металлических котлов эта разница составляет 1—2°, для глиняных 6—8° и более в зависимости от толщины стенок. Эта разница устанавливается из опыта.

Поддержание температуры сводится к тому, что нагревают ванну до определенной температуры, ставят в нее котлы и ждут, пока жидкость в котлах достигнет предельной температуры, например 50° (необходимо, чтобы эта температура соответствовала заданной). Если из практики знают, что для получения 50° внутри сосуда ванну надо нагреть до 58°, а температура в ней упала, например до 56°, — пускают пар. Если же, наоборот, температура выше, например 60°, — подливают в ванну холодной воды. Если температура ванны поднимается несмотря на закрытый вентиль, — это значит, что последний неисправен.

Из другого вспомогательного оборудования следует остановиться на мешалках.

На большинстве наших фабрик мешалок нет, и помешивание производится деревянным веслом. Такое весло должно быть сделано из березового дерева и ни в коем случае не из сосны или ели, так как содержа-

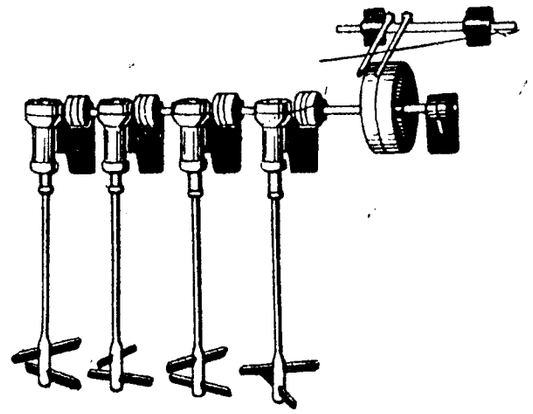


Рис. 16 Мешалки

щиеся в этих породах смолы и ароматические вещества вызывают на эмульсиях вуаль. Помешивание следует производить согласно указаниям эмульсионера. Точное соблюдение условий помешивания совершенно необходимо, так как иначе невозможно добиться одинаковых результатов. Во время эмульсификации, особенно если она быстрая, необходимо очень энергичное размешивание. Однако даже при сильном мешании не следует плескать эмульсию, иначе она пенится и захватывает воздух.

Гораздо лучше и равномернее помешивание при помощи мешалок. На рис. 16 показаны мешалки, приводимые в движение от мотора. Они удобны тем, что все трущиеся части закрыты, и поэтому в эмульсию не могут попасть ни масло, ни частицы мешалки. Обычно такая мешалка делает около 100 оборотов в минуту.

Эмульсификация

Этот процесс сводится к смешиванию двух растворов: 1) состоящего из галоидных солей и желатины и 2) состоящего из аммированного серебра. По виду очень простой процесс смешивания на самом деле играет исключительно важную роль. От того, как прибавлено серебро, в значительной степени зависят конечные свойства эмульсий. Дело в том, что при смешивании образуются мелкие кристаллики галоидного се-

ребра. Если смешать быстро, то сразу получится очень много кристалликов равной величины, а мы уже указывали, что если эмульсия имеет однородный состав зерен, то она отличается контрастом и меньшей чувствительностью. Наоборот, если серебро вливать медленно, то первые порции его попадают в большой избыток бромистого калия, который по мере прибавления серебра, уменьшается, так как он расходуется на соединение с серебром; таким образом бромистое серебро осаждается все время в меняющихся условиях. Кроме того первые зерна бромистого серебра, как ранее образовавшиеся, успевают больше вырасти, чем последующие. Таким образом при медленном прибавлении серебра создаются условия, способствующие образованию весьма разнообразных зерен, а это ведет к образованию менее контрастных высокочувствительных эмульсий.

Можно серебро вливать в несколько приемов через определенные промежутки времени; при этом можно получать различные контрасты и чувствительность в зависимости от того, как растянут процесс приливания. Наконец, можно вливать одновременно оба раствора в один общий сосуд, но практически это очень неудобно и поэтому на фабриках не применяется.

Во всех случаях вливание серебра надо проводить так, чтобы был избыток бромистого калия. Поэтому вливают раствор серебра в раствор галоидных солей и желатины, а не наоборот; при несоблюдении этого правила неизбежна вуаль.

После предварительных замечаний опишем конкретный случай изготовления эмульсии так, как он проводится на одной из фабрик ФОКХТ.

В эмульсионный котел наливают 2,25 *л* дистилированной воды и высыпают 225 *г* желатины, 470 *г* бромистого калия, 16 *г* иодистого калия. Все подогревают до 50° и при этой температуре оставляют примерно на 30 мин. Время от времени производится помешивание веслом, чтобы облегчить растворение желатины.

В пустую банку отвешивают 520 *г* азотнокислого серебра и вливают 1750 *см*³ дистилированной воды. Когда серебро растворится, вливают нашатырный спирт, пока не исчезнет образующийся вначале от аммиака осадок; получается примерный объем 2,25 *л*.

После этого из заготовительной комнаты серебро переносят в эмульсионный цех и гасят там свет. В это время желатина и галоидные соли уже растворились и принимают температуру 50°. При красном свете в течение 5 мин. две трети раствора серебра при энергичном помешивании вливают в эмульсионный котел. Так как раствор серебра имел комнатную температуру, общая температура смеси понизится. Ее доводят опять до 50° и, после этого через 30 мин., вводят в смесь в течение 2 мин. остальное серебро при тщательном помешивании (вторая эмульсификация). В данном примере мы имеем дробную эмульсификацию.

Можно при тех же исходных растворах произвести смешивание очень быстро; в этом случае получим контрастную эмульсию — контраст увеличивается на 20—30%.

Остановимся несколько подробнее на составных частях эмульсии.

Весьма важно придерживаться точно установленной рецептуры, иначе всегда будут получаться нестандартные эмульсии. Если, например, иодистого калия взять больше — до 32 *г*, то значительно уменьшится чувствительность, изменится контраст. Увеличение бромистого калия увеличивает чувствительность, но изменяет в худшую сторону другие свойства эмульсии.

Изменение исходных объемов также весьма существенно сказывается на качестве эмульсии. Если при том же количестве исходных материалов взять меньше воды для растворения серебра и желатины, чувствительность увеличится, но вместе с тем увеличится опасность получения вуали.

Все это указывает, насколько тонок и сложен процесс эмульсификации и как точно надо соблюдать все ее условия.

Первое созревание

Под этим названием понимается процесс выстаивания эмульсии при определенной температуре. Созревание начинается с самого первого момента смешивания. Как говорилось выше, при этом происходят формирование зерен и увеличение чувствительности. Этот процесс также нужно вести при помешивании (как эмульсификацию).

Особенно важную роль играет температура, при которой протекает выстаивание. Все химические процессы при изменении температуры меняют скорость: чем выше температура, тем скорее протекает процесс созревания, тем скорее его следует прерывать; наоборот, при низкой температуре созревание необходимо вести несколько часов. Обычно температура первого созревания колеблется для разных рецептов в пределах от 45 до 55°, а время от 30 до 100 мин. Температуру надо держать совершенно точно, чтобы колебания не превышали 1° в ту или другую сторону от заданной.

Для приведенного рецепта температура первого созревания равна 50°, а время складывается из следующих моментов (не принимая во внимание времени, потребного для вливания серебра): доведение до 50° после смешивания—15 мин.; выдерживание до второй эмульсификации — 30 мин.; выдерживание после второй эмульсификации — 45 мин., всего — 90 мин.

Контроль созревания

Вследствие наличия аммиака процесс протекает очень быстро, и точно контролировать его в производстве очень трудно. Поэтому эмульсионеры-практики ориентируются на-глаз: помещают каплю эмульсии на стекло, выносят на свет и по цвету мазка судят, не перезрела ли эмульсия. Но это крайне ненадежный способ. Так как при первом созревании главной опасностью является вуаль, то время от времени делают «мазок», т. е. поливают эмульсией пластинку, проявляют ее в мок-

ром виде — всегда одно и то же время — и наблюдают чистоту слоя (при этом не следует обращать внимание на его желтизну). Если вуаль одного из мазков подходит к предельной, то созревание необходимо кончить.

Еще лучше испытать желатину в лаборатории и потом созревание вести определенное время. Тогда необходим лишь контроль эмульсии по окончании первого созревания, чтобы убедиться в отсутствии вуали и ориентировочно выяснить чувствительность. Для этого по окончании созревания поливают пластинку эмульсией, дают ей застыть, в мокром виде определенным образом освещают и наблюдают степень почернения и величину вуали (как уже указывалось, вуалью называется потемнение на неосвещенных местах после проявления эмульсии).

Когда созревание будет близко к окончанию (минут за 15—20), в эмульсию вновь вводится желатина, для нашего примера — 300 г. В общем, содержание желатины доводят до 10% от общего объема эмульсии. Делается это для того, чтобы застывание эмульсии при охлаждении протекало быстрее и студень был как можно тверже. Во время промывки мягкого студня возможно вымывание серебра. Вводить в эмульсию все необходимое количество желатины с самого начала — перед эмульсификацией — невыгодно, так как вязкость эмульсии сильно увеличится и будет препятствовать росту зерен. Кроме того под влиянием аммиака желатина ухудшает свои физические свойства, и студень, приготовленный из такой желатины, мягче студня, приготовленного из такого же количества свежей желатины.

Из всего описанного видно, что процесс изготовления эмульсий поставлен весьма примитивно, оборудование далеко не совершенно. Если сравнить, например, процесс изготовления эмульсии с процессом изготовления основы, — сразу же бросается в глаза большая разница. Последний процесс совершенно механизирован и автоматизирован, чего нельзя сказать про

эмульсионный цех. В связи с этим сейчас на наших фабриках проводится рационализация работы в эмульсионных цехах, а на Казанской фабрике эмульсионный цех строится по последнему слову техники и в этом смысле он будет превосходить даже лучшие заграничные образцы. Ниже приводится некоторые материалы, которые можно использовать для рационализации эмульсионного процесса.

Эмульсионная аппаратура для созревания

Весьма желательно эмульсионные аппараты сделать изолированными от света, а помещение оставить светлым, т. е. процесс эмульсификации и первого созревания проводить на свету.

При больших количествах исходных растворов необходимо механизировать процесс загрузки.

С точки зрения указанных требований весьма целесообразной следует считать ту аппаратуру, которая запроектирована для фабрики кинопленки в Казани.

Не располагая сейчас полными материалами по эмульсионной аппаратуре Казанской фабрики, мы ограничимся описанием эмульсионной установки учебно-экспериментальной станции этой фабрики.

Рис. 17 показывает схему оборудования эмульсионного цеха учебно-экспериментальной станции этой фабрики. *1—1—1* — варочные котлы. Они цилиндрические с круглыми днищами, вставленные в герметически соединенные с ними рубашки 2,2...., по которым циркулирует при помощи насоса 3 вода, нагреваемая в термостате *4* до нужной температуры. Котлы поворачиваются около своей оси, чтобы через носик можно было выливать эмульсию. Материал котлов — нержавеющая сталь. Котлы закрыты деревянными крышками 6 и снабжены мешалкой 7. В этих аппаратах на свету работать нельзя, но варочные котлы для большого производства сконструированы так, что крышка не пропускает света и мешалка проходит через соответствующий светонепроницаемый сальник; загрузка производится по трубам. Для этой цели в подготовительном цехе устанавливаются термостаты, в каждом из которых заготовляется соответствующий раствор, и автоматически поддерживается необходимая температура. Каждый раствор попадает сначала в мерник и из него по трубе в варочный аппарат. Таким образом механизировано приготовление исходных растворов.

Для сравнительно небольших производств, какими являются наши пластиночные фабрики, вполне возможно иметь эмульсионные установки типа, приведенного на рисунке 17.

Регулирование температуры

При описании процесса изготовления эмульсий указывалось, что температура при эмульсификации и созревании играет весьма важную роль; поэтому для правильного воспроизведения технологического процесса необходимо ее совершенно точно регулировать.

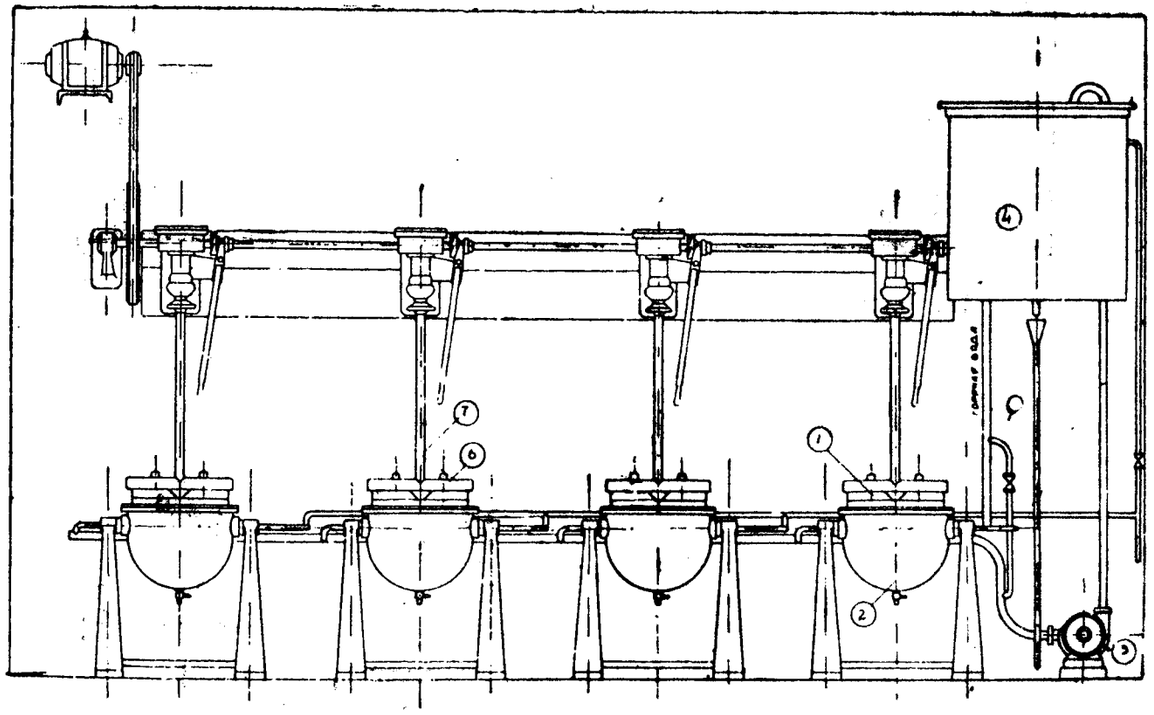


Рис. 17. Эмульсионная установка на Казанской пленочной фабрике

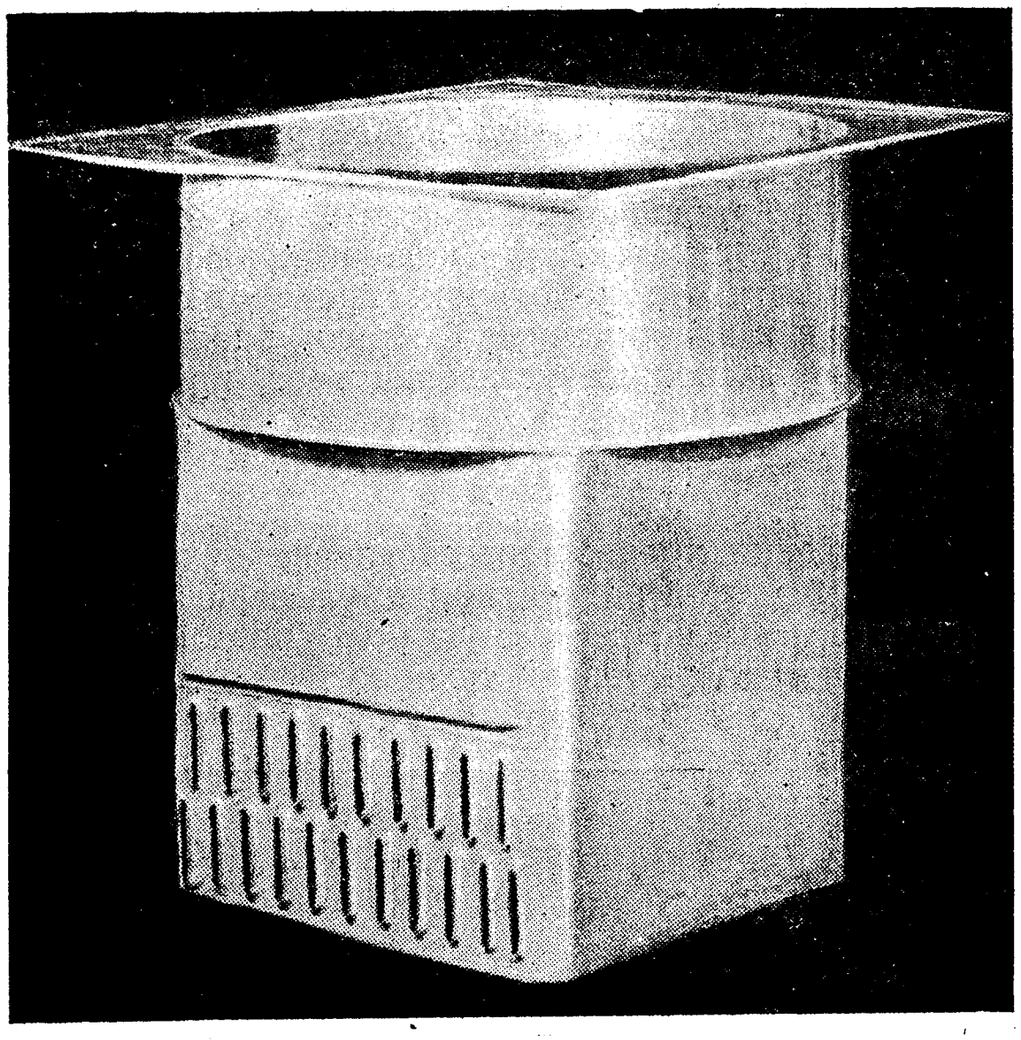


Рис. 18. Электрическая водяная баня

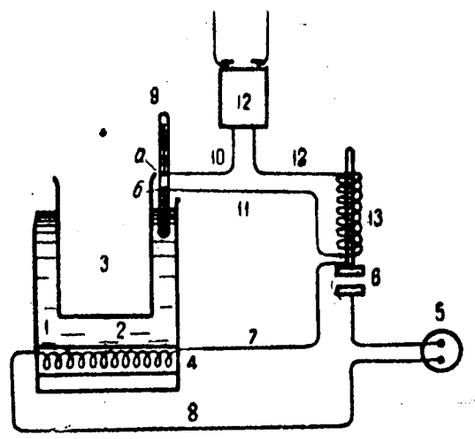


Рис. 19. Схема водяной бани с автоматической регулировкой температуры

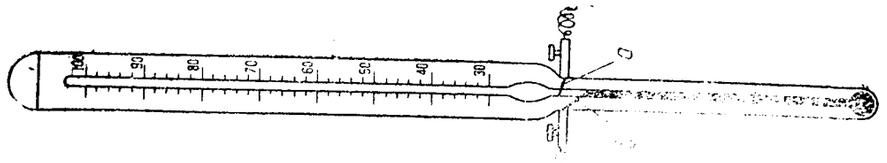


Рис. 20. Контактный термометр

Точность регулирования температуры зависит от аккуратности рабочего, следящего за термометром. Лучше всего было бы поставить паровой вентиль с автоматической регулировкой. Вполне осуществимо электрическое регулирование температуры, однако производить обогревание водяных бань электричеством было бы чрезвычайно дорого. Поэтому можно рекомендовать доводить температуру бани до определенной величины паром, а поддержание температуры на необходимой высоте производить при помощи электрических подогревателей, снабженных автоматическими регуляторами температуры. При соответствующей теплоизоляции водяной бани расход тока невелик. Один из типов водяной бани с электрическим обогреванием приведен на рис. 18.

Баня сварена из стали; в каналы закладываются нагревающие элементы. Для того чтобы температура воды держалась на одном уровне, необходимо, чтобы подогреватели автоматически включались и выключались; достигается это при помощи специальных регуляторов. Детальное описание регуляторов требует специальных познаний, поэтому опишем здесь упрощенную схему, иллюстрирующую принципиальную сторону вопроса.

На рис. 19 изображена схематически водяная баня *1*, наполненная водой *2*, в которую вставлен варочный котел *3*. Подогреватель схематически изображен в виде спирали *4*. Кружок *5* изображает условно штепсель, из которого питается подогреватель *4*. Ток при нагревании идет через контакт *6*, провод *7* в спираль *4* и уходит по проводу *8*. В водяную баню вставлен регулятор *9*.

Конструкция регуляторов различна. Простейший из них представляет термометр (рис. 20) с двумя впаянными контактами *а* и *б*. Ртуть предварительно загоняют до нужного показателя температуры в верхнюю часть термометра; между точками *а* и *б* получается разрыв; при нагревании воды ртуть расширяется и, достигнув точки *в*, замыкает ток в цепи *10, 11, 12, 13* (рис. 19). Так как для подогревателя *4* требуется большая сила тока, а для регулятора *9* — очень слабая, ток

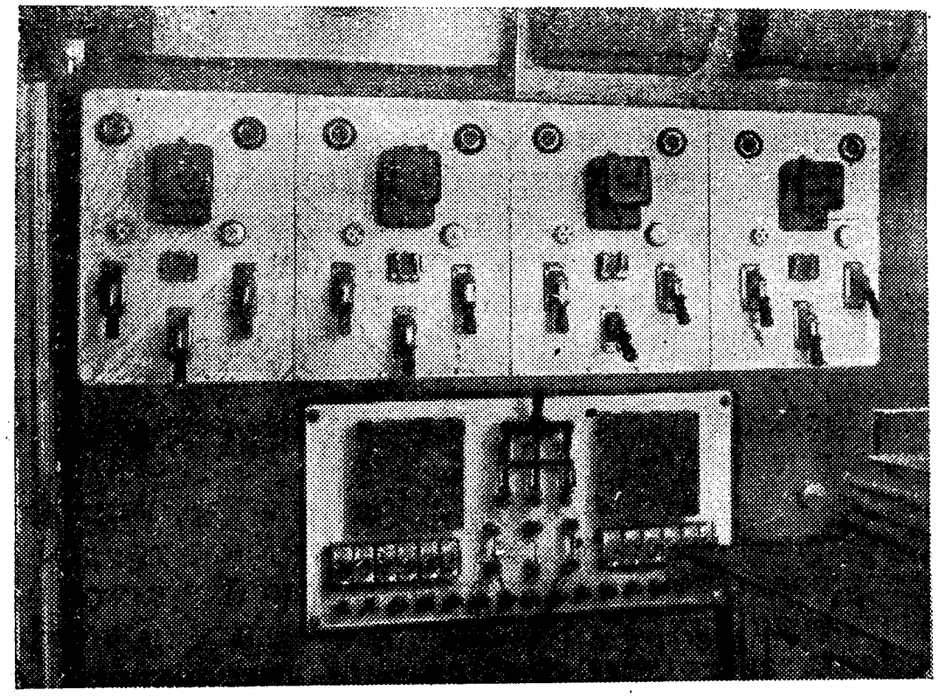


Рис. 21. Щиты для автоматической регулировки температуры в водяных банях (НИКФИ)

сначала пропускается через трансформатор *12*. После того, как ртуть замкнет контакты *а* и *б*, ток пойдет указанным направлением *10, 11, 12, 13*, спираль *13* втянет железный сердечник, разъединит контакт *6*, и подогревание прекратится. Когда баня начнет охлаждаться, ртуть уменьшится в объеме, отойдет от контакта *а*, цепь *10, 11, 12, 13* нарушится, спираль *13* перестанет втягивать сердечник, он упадет на нижний диск контакта *6*, замкнет цепь *5, 6, 7, 4, 8*, и подогревание начнется опять.

Фактически регулирующие приспособления много сложнее, так как содержат различные сигнализационные и проверочные детали. На рис. 21 показана такая регулирующая станция на опытной эмульсионной установке Научно-исследовательского кинофотоинститута (НИКФИ).

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Что такое водяная баня? Опишите типы и устройство водяных бань.
2. Как влияет характер эмульсификации на конечные свойства эмульсии:
   а) роль быстрой, медленной и дробной эмульсификации.
   б) роль бромистого и иодистого калия;
   в) влияние количества азотнокислого серебра в исходных растворах.
3. Какие процессы протекают при эмульсификации и первом созревании (см. стр. 35 и 36)?

Глава VI

Промывочное отделение

Студенение

При первом созревании помимо формирования зерен происходит быстрый рост чувствительности. Однако, как указывалось, вследствие наличия в эмульсии аммиака и бромистого калия процесс очувствления зерен протекает настолько энергично, что легко может наступить вуалирование. Поэтому необходимо созревание прервать, удалить из эмульсии все растворимые вещества и только потом уже доводить созревание до того предела, какого необходимо достигнуть. Прервать созревание или, вернее, значительно его замедлить можно путем охлаждения эмульсии, которая при этом из жидкого состояния переходит в твердое (студень). Созревание идет и в твердом состоянии, особенно при наличии аммиака. Есть эмульсионные рецепты, где чувствительность достигается путем многосуточного стояния твердой эмульсии при комнатной температуре; однако вследствие своей длительности и опасности загнивания этот способ практического значения не имеет. Указываем на него для того, чтобы подчеркнуть, что студенение и хранение эмульсии есть операция деликатная, связанная с изменением свойств эмульсии. Обычно от первого созревания, если дело идет о достаточно чувствительных эмульсиях, стараются взять все, что можно; поэтому эмульсионные зерна в условиях первого созревания доводятся до предела устойчивости.

Если студенение проводить медленно, фактически

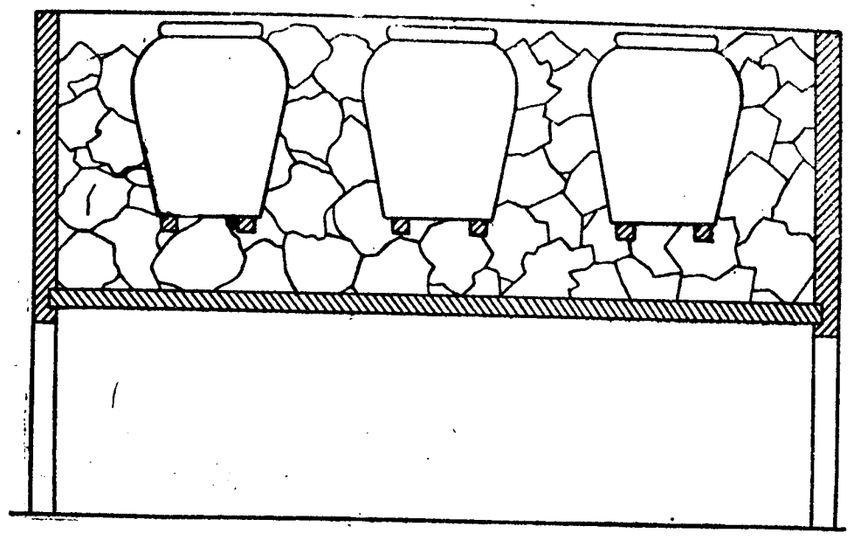


Рис. 22. Студенение эмульсии в ванне со льдом

растягивая этим первое созревание, то легко получить вуаль. При хранении насыщенной аммиаком эмульсии в течение продолжительного времени или при недостаточно низкой температуре также вследствие добавочного созревания образуется вуаль. При хранении в затхлом помещении с дурным запахом может произойти порча эмульсии. Из сказанного вытекают следующие правила студенения и хранения эмульсий:

1. Студенить эмульсию надо как можно быстрее.
2. Застудененную эмульсию лучше обрабатывать в тот же день или не позже, чем через ночь.
3. Хранить непромытую эмульсию надо при температуре не выше 3° в чистом, хорошо вентилируемом помещении; но замораживать ее нельзя.

Для охлаждения горшки с эмульсией ставятся в деревянные окоренки, наполненные водой и льдом (рис. 22).

Студенение начинается у стенок горшка. Если дать эмульсии спокойно стоять, то студенение пойдет крайне медленно, так как эмульсия плохо проводит тепло; поэтому необходимо производить ее помешивание, при котором к холодным стенкам все время будут подгоняться теплые струи эмульсии и охлаждение ускорит-

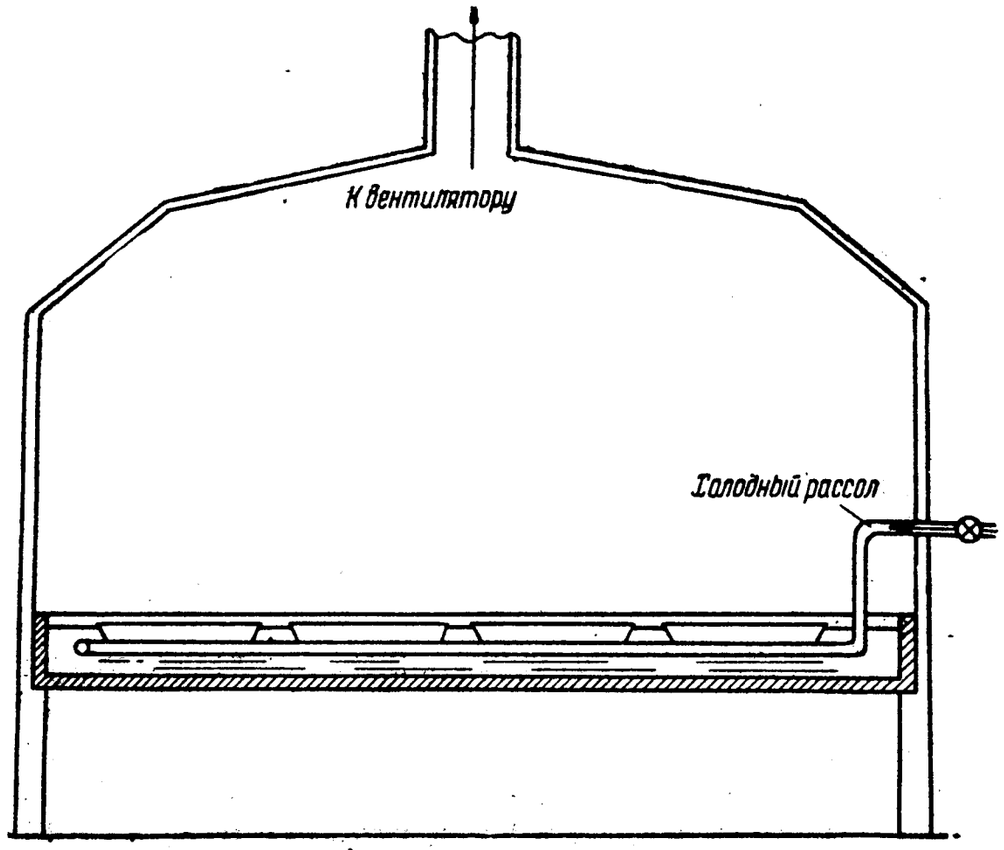
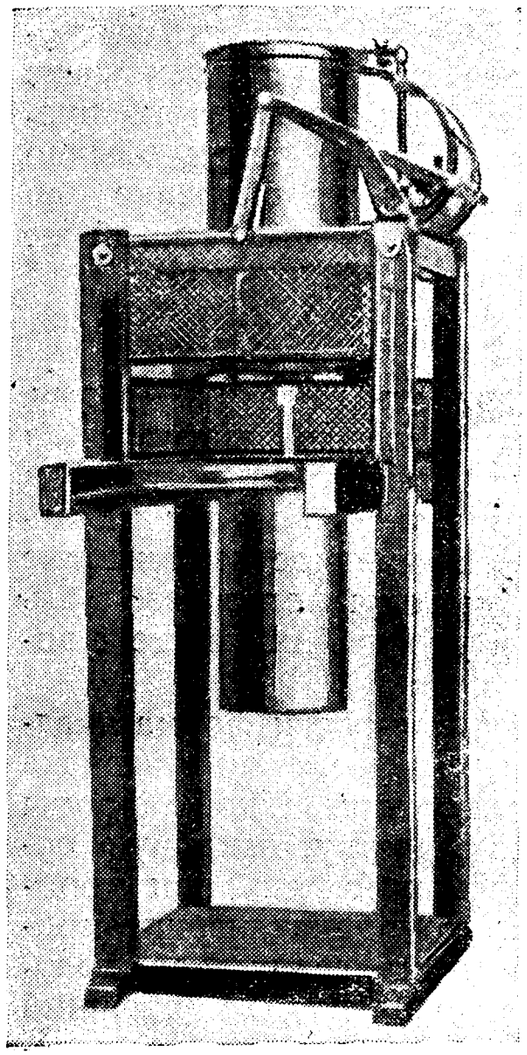


Рис. 23. Студенение эмульсии в кювете

ся. Для еще большего ускорения студенения вводят в эмульсию лед; это весьма эффективная мера, так как 1 *кг* льда уменьшает температуру 20 *кг* эмульсии на 4°. Но надо иметь в виду и отрицательную сторону такого приема: вводя лед, мы фактически вводим воду, которая разбавляет эмульсию. Кроме того при употреблении льда необходимо следить, чтобы он был совершенно чистым; лучше всего вводить искусственный лед, полученный из заведомо чистой воды. Применение речного льда, как это иногда делается на фабриках, надо считать неправильным, так как очень легко внести со льдом загрязнение, делающее эмульсию непригодной.

При применении указанных способов процесс охлаждения протекает в несколько минут.

Рациональнее студенение поставлено на фабр. № 5.



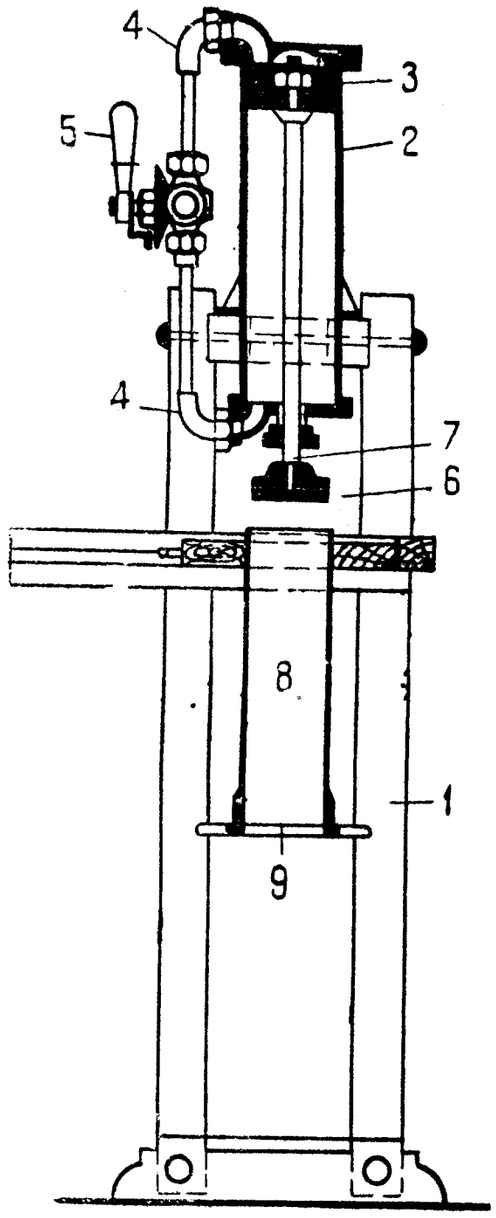


Рис. 24. Гидравлический пресс для эмульсий

Здесь эмульсия выливается в большие кюветы, поставленные в воду, охлаждаемую трубами с холодным рассолом (рис. 23). По сравнению с общим объемом получается очень большая охлаждающая поверхность, и процесс охлаждения значительно ускоряется. Для удаления аммиака вся система заключена в вытяжной шкаф.

После того, как эмульсия перейдет в твердое состояние, немедленно подвергать ее дальнейшей обработке нельзя, так как в полученном студне должны произойти еще внутренние изменения. Необходимо дать выстояться застуденившейся эмульсии в течение двух часов на льду или в ледяной воде и лишь после этого пускать в дальнейшую обработку. На фабриках обычно эмульсию оставляют до утра в том же окоренке со льдом, в котором она застывала, а кюветы — в той же ванне, в которой протекало студенение.

Измельчение

Измельчение имеет целью придать желатине форму, удобную для промывки. Если эмульсию промывать в крупных кусках, то промывка может затянуться на очень большой срок, а середина кусков может не отмыться. С другой стороны, очень сильное измельчение также невыгодно, так как струи воды могут разбивать эмульсию на мелкие кусочки и уносить их вместе с водой.

На производстве принята для промывки форма квадратных червяков или макарон; сечение такого червяка 6×6 или 8×8 *мм*. Для получения такой формы эмульсию продавливают через решетку, имеющую соответствующие отверстия. Так как студень при хорошем студенении очень прочен, то продавливание производится при помощи сильного гидравлического пресса, устройство которого показано на рис. 24 (внешний вид и схема). На прочной деревянной или металлической станине *1* укреплен стальной цилиндр *2*, в котором ходит поршень *3*. При помощи трубки *4* и рукоятки **5** можно подавать воду в верхнюю или нижнюю часть цилиндра; при этом поршень *3* будет то подниматься, то опускаться, а вместе с ним будет подниматься высеребренная плита *6*, соединенная с поршнем при помощи штока *7*. Плита *6* при опускании плотно входит в цилиндр *8*, имеющий вместо дна решетку *9*.

Прессование производят следующим путем. Цилиндр

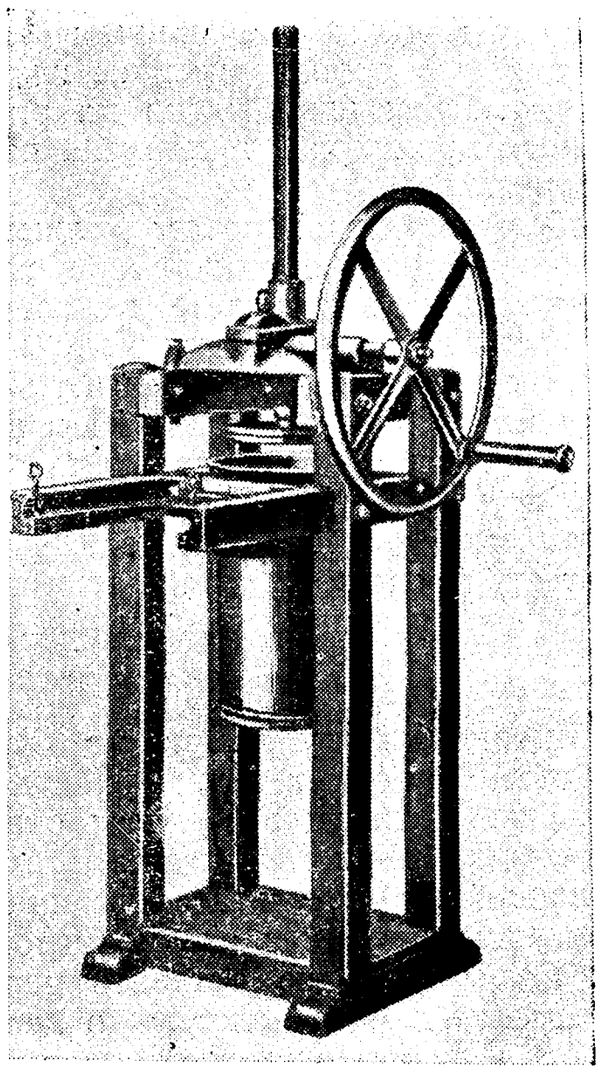


Рис. 25. Ручной пресс для эмульсий

3 выдвигают вперед по салазкам, загружают эмульсией, вдвигают назад под пресс и опускают поршень. Последний продавливает эмульсию в подставленный внизу горшок. Для того, чтобы отдельные червяки не слипались между собой, их собирают в воду. Решетка служит для предохранения эмульсии от рассыпания.

В зависимости от производительности фабрики такие прессы за один прием отпрессовывают до 50 *л* эмульсии. Для мелких производств делаются прессы соот-

ветственно меньших размеров, причем передвигание поршня вверх и вниз производится не гидравлическим путем, а вручную, как изображено на рис. 25; здесь вместо стального цилиндра *2* применена червячная передача от шкива.

Рабочий, обслуживающий пресс, должен очень хорошо знать его устройство, так как работа на прессе протекает при темнокрасном свете, недостаточном для ясной видимости всех деталей; их надо находить наощупь по памяти. Пресс следует промывать самым тщательным образом, следя за тем, чтобы в нем не оставалось старой эмульсии. Перекладывать эмульсию в цилиндр надо при помощи деревянной лопаточки, не допуская рассыпания эмульсии на пол.

Как студенение, так и прессование происходят в том же помещении, где совершается промывка.

Промывка

Промывка имеет целью удаление из эмульсии всех веществ, оставление которых в дальнейшем можем повредить эмульсии. К таким веществам относятся: аммиак, избыточный бромистый калий и азотнокислый калий, получившийся в результате обменного взаимодействия бромистого калия и азотнокислого серебра (см. стр. 11). Если эмульсию оставить непромытой и в таком виде полить на подложку, то светочувствительный материал будет отличаться малой сохраняемостью вследствие наличия аммиака, а соли выкристаллизуются на поверхности. Не промытой оставляют иногда только газопечатную эмульсию, которой это не вредит, так как аммиака она не содержит, а солей в ней так мало, что заметных кристаллов они не дадут.

При промывке меняется не только внешний вид эмульсии, но и ее химический состав. Эмульсия прежде всего набухает, т. е. впитывает воду, и поэтому увеличивается в объеме. Количество поглощенной воды зависит, во-первых, от количества желатины, во-вторых, от ее качества. Чем больше желатины содержит эмуль-

сия, тем больше она набухает, так как набухание есть поглощение желатиной воды, находящейся в эмульсии. Кроме того, если исходная желатина обладала большой набухаемостью, то и студень будет сильнее набухать. На степень набухания большое влияние оказывает температура воды: если вода теплая, например около 20°, то набухание будет весьма значительное. Изменение химического состава сводится к тому, что вымываются все упомянутые вещества, а червяки вместе с водой впитывают те соли, которые в последней содержатся.

Так как промывка производится обыкновенной водопроводной водой, то качество последней далеко не безразлично. Обыкновенная вода содержит в себе в растворенном состоянии различные соли, а также другие примеси. Насколько важно качество воды для эмульсий, можно судить по тому, что постройке всякой фотохимической фабрики предшествует длительное исследование воды, которую будут применять для производства. В заграничной практике были случаи, когда фабрики закрывались из-за неудачного подбора воды. К воде предъявляются следующие требования:

1. Вода должна быть совершенно прозрачной и не содержать никаких видимых глазом примесей.

2. Вода не должна иметь запаха и цвета, так как первый указывает на наличие различных гниющих остатков, второй — на наличие солей некоторых вредных для эмульсии металлов.

3. Определенное химическим исследованием воды количество вредных примесей и бактерий не должно быть больше тех норм, которые установлены для хорошей питьевой воды.

При применении воды следует иметь в виду, что весной и осенью вода всегда грязнее, чем в другое время года.

При промывке надо всегда первые порции воды слить, так как при застое в трубах накапливается ржавчина. При мутной воде рекомендуется на водопро-

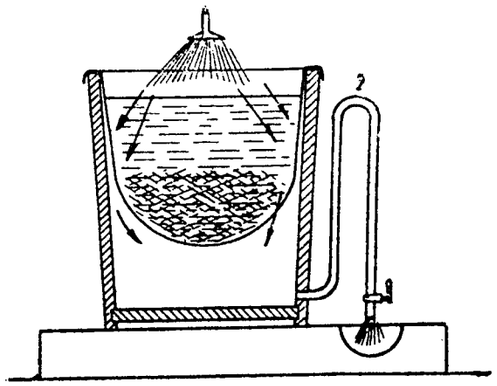


Рис. 26 Промывка эмульсии в мешке

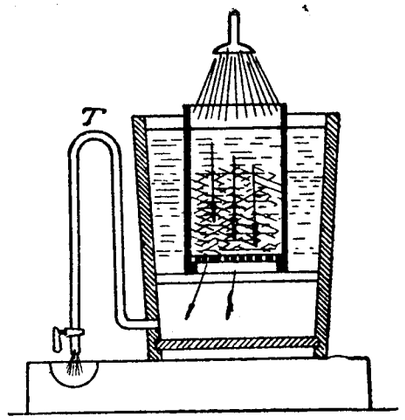


Рис. 27. Промывка эмульсии в цилиндре

водный кран надевать фильтр, хотя скорость вытекания воды от этого очень уменьшается.

Промывное отделение так же, как эмульсионное, должно быть просторным, окрашенным в светлую краску и иметь плиточный пол. Оборудование его состоит из прессов описанного выше типа (рис. 24), чанов для студенения эмульсий и промывных чанов.

До сих пор промывка эмульсий производится очень примитивно. Обычно применяются обыкновенные деревянные чаны (рис. 26). Чан имеет выходящую снизу трубу *T*, изогнутую в форме сифона для поддержания определенного уровня воды. На чан надевается и прочно привязывается к стенкам мешок из плотной материи; в этот мешок помещается эмульсия. Неудобство этого способа промывки заключается в том, что очень много воды уходит мимо эмульсии; промывка идет очень медленно — 4—8 часов, расход воды по весу в 80—100 раз более самой эмульсии. При холодной воде (12°) промывка заканчивается скорее, при теплой (16° и выше) идет дольше, так как вымывание солей и аммиака протекает медленнее.

Гораздо рациональнее протекает промывка, если в деревянный чан вставить цилиндр, имеющий сетчатое дно (рис. 27), так как тогда вся вода проходит вниз через эмульсию. Для ускорения промывки эмульсию необходимо перемешивать.

На рис. 28 приведена промывная установка, запроектированная на экспериментальной фабрике в Казани. Промывные чаны (рис. 29) на колесах устанавливаются в ряд; каждый чан имеет мешалку.

При детальном изучении промывки можно убедиться в том, что соли с поверхности червяка постоянно переходят в окружающую воду и ею уносятся. Если червяков по отношению к воде немного, то вода уходит достаточно обогащенной солями. Если же воды много, а червяков мало, то вода не успевает в достаточной степени насытиться и уходит с малым содержанием солей. Но, с другой стороны, чем менее насыщена вода солями, тем быстрее происходит отдача солей и аммиака червяками. Эти два взаимно противоположных момента можно помирить таким образом: помещать червяков как можно больше в промывной сосуд, например так, чтобы воды было столько же по объему, сколько червяков, а уменьшения насыщения воды солями достигать путем пропускания воды сильной струей; промывание вести при помешивании. При такой системе промывки достигается уменьшение расхода воды вдвое и даже втрое.

Следует упомянуть еще о начинающем получать применение за границей спиртовом методе промывки эмульсии. Он имеет то преимущество, что стандартизирует процесс, облегчая возможность получения однородных эмульсий. Распространению этого способа препятствует необходимость расходования большого количества спирта, который является дорогим сырьем: требуется 7—10-краткое количество спирта по отношению к эмульсии (однако путем правильно поставленной перегонки можно разбавленный спирт, получающийся при промывке, довести до первоначальной крепости).

Сущность метода спиртовой промывки сводится к тому, что эмульсия после первого созревания смешивается со спиртом и осаждается; осадок эмульсии отжимают от спирта, еще раз или два повторяют отмывку и, наконец, промытую эмульсию разбавляют дистиллированной водой, плавят, доводят до определенного

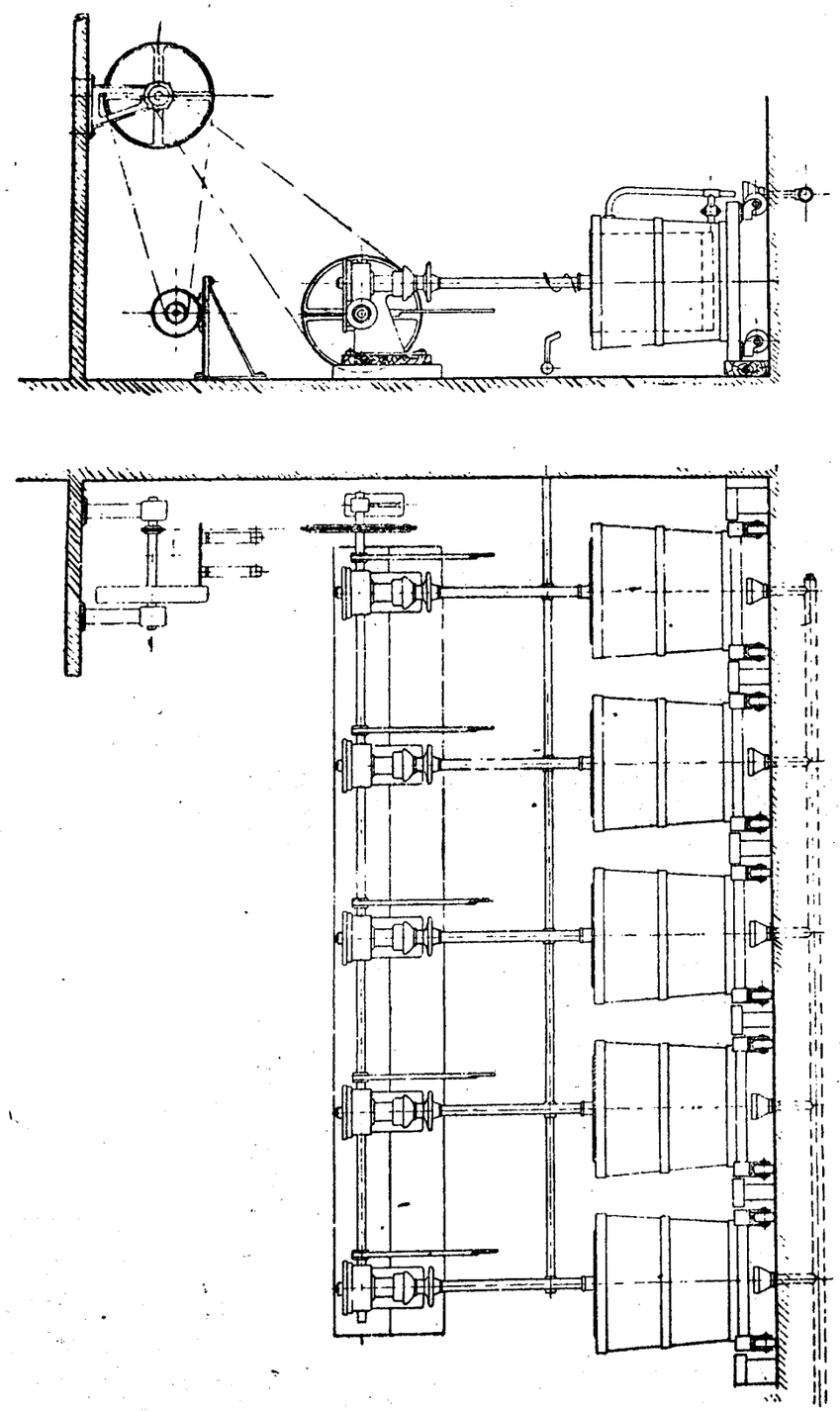


Рис. 28. Промывная установка на экспериментальной (опытной) пленочной фабрике в Казани

объема, добавляют желатины, проводят созревание и поливку.

Контроль промывки

Для того чтобы при последующем созревании не наблюдалось вуалирования эмульсии, следует очень

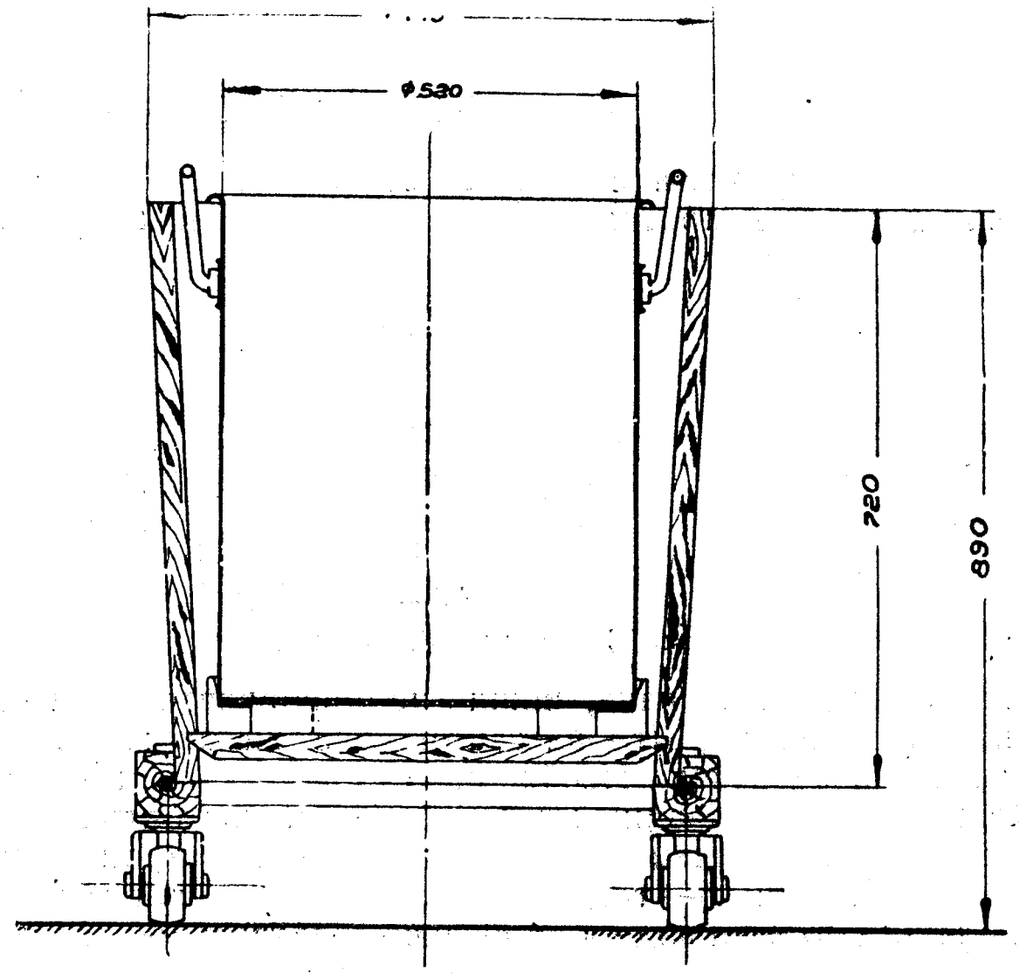


Рис. 29. Один из котлов промывной установки на экспериментальной (опытной) пленочной фабрике в Казани (размеры в мм)

тщательно следить за степенью отмывки и продолжать ее до полного отсутствия аммиака. Очень часто две совершенно одинаковые порции эмульсии, изготовленные на одной и той же желатине в одинаковых условиях,

дают совершенно различные результаты потому, что одна была промыта лучше другой. Контроль осуществляется при помощи специального раствора, называемого реактивом Неслера. Если взять в пробирку небольшое количество промывной воды и добавить туда две-три капли указанного реактива, то вода окрасится в зависимости от количества аммиака в воде в более или менее сильный желтый цвет. Если аммиака нет, то окрашивания не наступит.

При этом может быть допущена следующая ошибка.

Если воду взять с поверхности промывного сосуда во время ее протекания или даже после закрытия

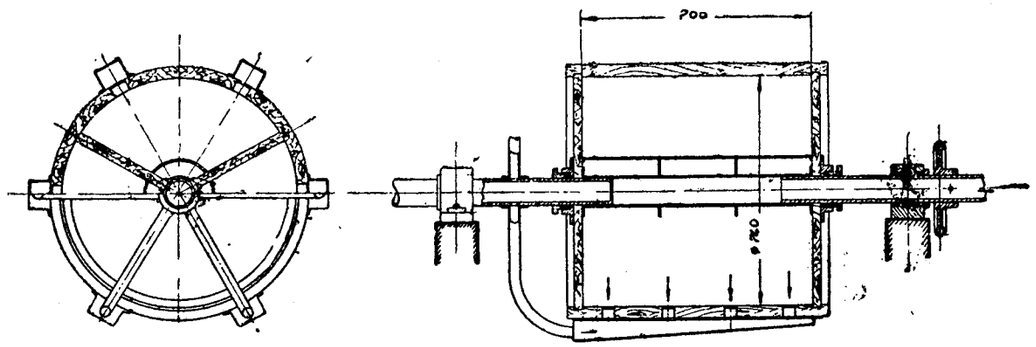


Рис. 30. Промывной барабан

водопроводного крана, можно не обнаружить аммиака, несмотря на то, что на самом деле он может находиться в червяках. Необходимо перед взятием пробы закрыть водопроводный кран, дать воде постоять минут пятнадцать, причем два раза за это время произвести перемешивание, — тогда следы аммиака могут распределиться по всей воде и проба уже обязательно покажет аммиак, если он есть. Еще лучше поступить так: взять из середины сосуда кусочек червяка, положить в пробирку и залить дистилированный водой; дав постоять минут пятнадцать, слить воду в другую, чистую пробирку и капнуть реактив Неслера; в этом случае показание будет совершенно правильным, так как аммиак, если он еще был в червяке обязательно перейдет в воду, и вся она будет испробована.

Пробу на присутствие неотмытого бромистого калия обычно не делают, полагая, что он вполне отмывается раньше аммиака, но такое предположение не совсем правильно. Правда, надо сказать, что остаток этот может быть только очень небольшим, а есть указания на то, что небольшие количества бромистого калия даже полезны, предохраняя эмульсию от вуалирования при втором созревании. Однако в связи с тем, что оставшееся количество определять довольно затруднительно, рациональнее совершенно отмывать эмульсию также и от бромистого калия и прибавлять последний в определенной дозировке перед началом второго созревания. Наши фабрики еще не перешли на такой метод работы и, как уже указывалось, специальной пробы на отмывку бромистого калия не делают, хотя это совершенно необходимо.

Рационализация процесса промывки

Безусловно необходимо на всех наших фабриках установить мешалки в промывных аппаратах. Необходимо отказаться от промывки в мешках, так как это ведет к излишнему расходу воды. Следует поставить промывку, учитывая данные научно-исследовательской работы.

На рис. 30 изображен промывной аппарат, сконструированный проектным бюро ФОКХТ. Он представляет собою деревянный барабан, разделенный внутренними перегородками на три равные части, в которые через завинчивающиеся люки загружается эмульсия. Барабан вращается на полых осях. Через одну ось вода входит внутрь барабана, омывает эмульсию и через трубы, находящиеся на окружности, уходит вон. При такой системе эмульсия перемешивается без раздробления и равномерно омывается свежей водой.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Для чего надо студенить эмульсию и как это следует делать?
2. Опишите устройство гидравлического пресса?
3. Как производят промывку эмульсии?

Глава VII

Вторая эмульсионная

Как указывалось выше, второе созревание имеет целью сравнительно медленное повышение чувствительности эмульсионных зерен путем выстаивания эмульсии при определенной температуре.

Аппаратура и оборудование

Вторая эмульсионная комната оборудована совершенно так же, как первая. Необходимость двух эмульсионных комнат объясняется тем, что при первом созревании выделяется аммиак, а при втором его нет. Если бы первое и второе созревание производить в одной комнате, то аммиак, выделяющийся в воздух при первом созревании, поглощался бы промытой эмульсией и весь процесс был бы нарушен.

Второе созревание ведут в таких же горшках и водяных банях, как и первое. Оборудование цеха отличается лишь тем, что не имеется вытяжки (колпака) над водяными банями, но вентиляцию, правда, менее мощную, цех все же должен иметь. Подогревание бань происходит так же, как в первой эмульсионной, только температура держится на 5—7° ниже. Из добавочного оборудования этого цеха следует упомянуть большой чан для смешивания; емкость его — 200—500 *л*.

Процесс второго созревания

Условия второго созревания резко отличаются от условий первого созревания. Здесь исключено влияние всех посторонних веществ, а главным действующим началом являются те активизирующие вещества, которые содержатся в желатине. Во время промывки вместе с солями и аммиаком отмываются из желатины также вещества, очувствляющие желатину. Поэтому перед проведением второго созревания в эмульсию необходимо добавить свежей желатины, не подвергнутой промывке.

Второе созревание проводится, как и первое, путем выстаивания эмульсии в течение определенного времени при точно установленной температуре. Между первым и вторым созреванием существует определенная зависимость, а именно: чем выше была температура первого созревания, чем продолжительнее его время, тем меньший эффект дает второе созревание; если путем удлинения времени и повышения температуры первое созревание довести до предела, второе может дать отрицательный эффект — снижение чувствительности.

Как было показано в главе III, суть созревания сводится к отложению чувствительных центров на поверхности кристаллов или к их увеличению. Ко второму созреванию эмульсионные зерна приходят уже с готовыми центрами чувствительности, полученными при первом созревании; следовательно требуется очень небольшое увеличение существующих центров для того, чтобы зерно перешло в разряд очень чувствительных или даже таких, которые произвольно будут проявляться без предварительного освещения, т. е. вуалирующих. С другой стороны, поскольку нет в эмульсии аммиака, образование центров происходит медленнее, и те эмульсионные зерна, которые имели очень незначительные центры, не успеют их увеличить до размеров очень чувствительных зерен.

Таким образом, несмотря на то, что при втором созревании роста зерен не происходит, разница в их чувствительности увеличивается, и до некоторого времени происходит достаточно быстрое увеличение количества очень чувствительных зерен без соответствующего увеличения зерен средней чувствительности, т. е. уменьшается количество классов зерен, а это, как мы знаем, способствует увеличению контраста; и дей-

ствительно, при втором созревании наблюдается рост контраста.

Однако, если продолжать второе созревание дальше, то наступает момент, когда высокочувствительные зерна переходят в разряд вуалирующих вследствие значительного повреждения их поверхности посторонними включениями; границы чувствительности зерен смазываются, так как появляется очевидно много промежуточных классов. Внешне эти изменения сказываются в том, что эмульсия начинает с определенного момента вуалировать, и контраст уменьшается.

Для уменьшения опасности вуалирования в эмульсию перед вторым созреванием вводят бромистый калий, примерно 0,7 *г* на каждые 100 *г* взятого для эмульсии азотнокислого серебра.

Имея в виду все сказанное, легко объяснить те операции, которые проводятся при втором созревании.

Последовательность обработки эмульсии после промывки следующая:

а) вынимают эмульсию из воды и дают ей стечь;

б) взвешивают ее;

в) расплавляют эмульсию на водяной бане и доводят до определенного объема;

г) добавляют желатины;

д) добавляют бромистых солей для предохранения эмульсии от вуалирования;

е) проводят созревание.

После промывки эмульсию в мешках подвешивают на 1—2 ч. и вся свободная вода стекает; этой операции можно и не производить, так как потом все равно приходится добавлять воду. После стекания эмульсия перекладывается во взвешенный горшок, в котором будет производиться второе созревание, и определяется вес эмульсии после промывки. Обычно он примерно вдвое больше, чем вес исходной эмульсии. Горшок вставляют в водяную баню и после этого к эмульсии добавляют дистилированной воды столько, чтобы получался всегда один и тот же вес, близкий к конечному весу эмульсии перед поливом. Иногда разбавление

эмульсии производят после второго созревания. Так как имевшаяся в эмульсии желатина при промывке потеряла часть своих активирующих веществ, то перед вторым созреванием ее добавляют.

Для той рецептуры, которую мы здесь рассматриваем как примерную, объем доводится до 12 *л*. Желатины прибавляют 315 *г*, бромистого калия вводят 3,5 *г*. Когда все добавления в эмульсию сделаны, она нагревается в течение 2 час. при температуре 42°. Для других рецептур все эти добавки могут производиться в другом количестве; время и температура созревания могут быть иными.

Конец созревания определяется временем, в том случае, если было проведено предварительно лабораторное исследование желатины, причем последнее совершенно необходимо. Если же время созревания лабораторно не было установлено, то, примерно, каждые 30 мин. надо делать пробные поливы и проявлять их — для определения степени вуалирования. Вуаль и в этом случае не следует доводить до предельной, так как эмульсия в дальнейшем будет еще раз плавиться в теплом виде фильтроваться и стоять перед поливом.

Хорошее перемешивание так же необходимо при втором созревании, как и при первом.

Следует заботиться о том, чтобы аммиак при втором созревании случайно не попал в эмульсию из воздуха первой эмульсионной.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Для чего необходимо второе созревание эмульсии и чем оно отличается от первого?
2. Опишите все операции, производимые с эмульсией после ее промывки.

Глава VIII

Смешивание и хранение эмульсий

Вследствие того, что при получении эмульсий мы еще не можем учитывать всех обстоятельств, влияющих на конечные свойства, а также потому, что производственная методика исследования эмульсий недостаточно точна, мы всегда заметим некоторую разницу в свойствах даже у эмульсий, полученных по одному тому же методу из одной партии желатины. Между тем необходимо давать эмульсию, стандартную по своим свойствам. Поэтому эмульсия из всех горшков одной варки выливается в один общий сосуд для смешизания, стоящий во второй эмульсионной, и из него уже разливается по мелким горшкам, в которых и хранится.

Кроме того смешивание преследует еще иные цели. Обычно фабрики получают желатину отдельными партиями, значительно разнящимися между собой, поэтому они пользуются методом смешения желатины перед употреблением и работают на смеси. Этим путем удается значительно укрупнить партии и обеспечить выпуск фабрикой однородной продукции. Все же несмотря на это отдельные варки могут отличаться друг от друга. Поэтому перед поливом смешивают горшки различных варок между собою.

При смешивании различных варок следует быть очень осторожным и учитывать свойства каждой варки. Если например смешать позитивную очень контрастную эмульсию с негативной высокочувствительной, то получится смесь, отличающаяся неприемлемыми для практической работы свойствами. Поэтому смешиваемые эмульсии следует подбирать, учитывая их фотографические характеристики. В этом случае вполне возможно получение эмульсий с заранее заданными качествами.

Непосредственно после второго созревания смешивают эмульсии одной варки. Разные же варки смешиваются между собою уже перед фильтрованием и подготовкой эмульсии к поливу.

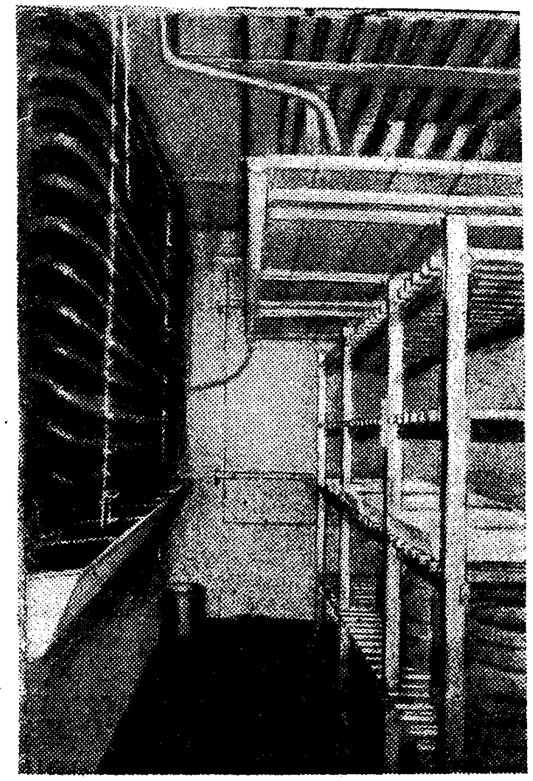


Рис. 31. Камера хранения эмульсии

Эмульсия из варочных горшков путем опрокидывания последних сливается в общий чан емкостью до 500 *л*. Из него эмульсия кружками разливается по мелким горшкам емкостью в 12—20 *л* (рис. 9). Каждый горшок закрывается фанерной крышечкой и обвязывается черной материей. На горшке пишутся мелом номер варки, горшка и время варки. Еще лучше одевать на горшок резиновые кольца с небольшой бирочкой, на которой карандашом или чернилами сделаны соответствующие отметки.

Для того чтобы эмульсия не портилась при хранении, в нее добавляют раствор фенола (карболовой кислоты) в спирту или после застывания эмульсии в горшках ее сверху заливают этим раствором. Горшки перед наливанием в них эмульсии полезно также сполоснуть фенольной водой.

Однако, несмотря на консервирование фенолом,

эмульсию все же следует хранить в холодном месте. Некоторые фабрики держат эмульсию в погребе на льду. Этот способ хранения нельзя признать рациональным по той причине, что, как правило, в погребе бывает сыро, имеется плесень, грязь и устанавливать горшки с эмульсией весьма неудобно. На фабрике № 1 эмульсию хранят в большой бетонной ванне, наполненной водой. При помощи труб с холодным рассолом температура воды держится на уровне 1—2°. Такой метод хранения позволяет достаточно долго выдерживать эмульсию без опасения ее порчи и свободно отбирать необходимые горшки.

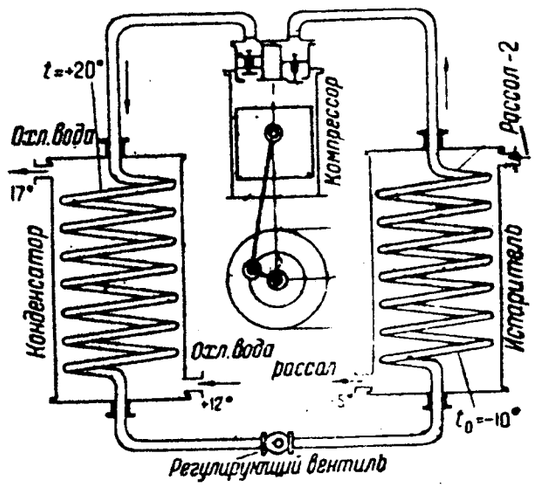


Рис. 32. Схема холодильной машины

Наиболее рациональным считается хранение эмульсии в специальных помещениях — камерах хранения, где поддерживается температура около 3°. Камера хранения представляет собой комнату, в которой расставлены стеллажи как во всяком складе (рис. 31); на них ставятся кюветы или горшки — в зависимости от того, как принято на данной фабрике хранить эмульсию. Для поддерживания холода вдоль по стенам расположены трубы от холодильной машины, по которым проходит холодный рассол. Так как холодный воздух опускается вниз, то холодильные трубы следует располагать вверху; тогда будет происходить естественное перемешивание воздуха: холодный будет опускаться вниз, теплый — подниматься кверху, здесь охлаждаться и т. д.

Имеющаяся в воздухе влага осаждается всегда на самых холодных предметах. Такими предметами в камере хранения являются холодные трубы: они могут быть покрыты инеем, который тает, давая капли воды;

последняя собирается в жолоб, устроенный под холодильной батареей, и из него вытекает в подставленное ведро. Необходимо очень внимательно следить за тем, чтобы в камере было чисто и сухо: чистота — основное условие хорошего хранения эмульсий.

Надо иметь в виду, что желатина, являющаяся основной составной частью эмульсии, представляет очень хорошую питательную среду для бактерий. Температура получения эмульсии колеблется в пределах от 35 до 50°, т. е. как раз в таких границах, которые наиболее благоприятны для развития микроорганизмов. Поступающая с завода желатина содержит очень большое число бактерий; правда, все они погибают при первом созревании, но значительное их число вносится при промывке и при втором созревании. Попадая в условия, благоприятствующие их развитию, бактерии сильно размножаются и легко могут вызвать гниение, размягчение, белые точки и другие дефекты эмульсии.

Лучшим средством борьбы с бактериями являются чистота, дезинфицирующие вещества (фенол) и холод. Последний играет весьма существенную роль в эмульсионном производстве. Обычно для поддержания холода на производстве употребляется лед. Но лед, как мы уже отмечали выше, далеко не всегда бывает чистым; кроме того он неудобен тем, что тает. В этом отношении очень выгодно применение так называемого сухого льда. Это — углекислый газ, доведенный при помощи сжатия и охлаждения до твердого состояния. Он не тает, а превращается прямо в газ, не оставляя никакого следа.

Все больше входит в обиход наших фабрик применение холодильных машин. Хотя для ухода за ними имеется специальное лицо, все же необходимо быть знакомым с принципиальной их схемой.

Схема холодильной машины представлена на рис. 32. В основном холодильная машина представляет систему труб, в которую включен насос, работающий на сжатие и называемый компрессором. Вся система, на-

полнена газом — аммиаком (не водным, а газообразным) или углекислотой. Работа протекает так:

1. Компрессор сжимает газ до определенного давления; при этом газ разогревается.

2. Разогретый газ охлаждается в конденсаторе; последний представляет собой железный змеевик, вставленный в цилиндр с водой. Газ идет по змеевику, охлаждается снаружи холодной водой до 20° и при этом превращается в жидкость.

3. Получившаяся жидкость при помощи вентиля передается в испаритель.

4. Испаритель может быть устроен так же, как конденсатор. Но если в последнем газ в трубе находится под давлением, то здесь он свободно испаряется, поглощая тепло из той жидкости, которая его окружает. Если в качестве этой жидкости взять воду, то она замерзнет. Поэтому берут раствор соли, который не замерзает. Рассол может охладиться до 5—15° ниже нуля. Этот рассол при помощи труб разводят во все те места, где требуется охлаждение: в ванны для охлаждения эмульсии, в камеру хранения и т. д. Если в испаритель вставить форму с водой, то последняя замерзнет, и мы будем иметь искусственный лед.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. **Для чего требуется смешивать эмульсии?**
2. **Как нужно хранить эмульсию?**
3. **Как работает холодильная машина**

Глава IX

Качество готовой эмульсии и ее дальнейшее использование. Типы эмульсии

Требования к готовой эмульсии

Готовая эмульсия должна отвечать определенным требованиям. В основном эти требования следующие:

1. Эмульсия должна быть не зараженной и не иметь запаха.

2. Эмульсия не должна вуалировать при проявлении.

3. Эмульсия должна иметь определенную вязкость. Точно в цифрах указать эту вязкость нельзя, но эмульсионер-практик видит по тому, как эмульсия растекается, годна она для полива или нет. Для полива на бумагу и пленку требуется более вязкая эмульсия, чем для пластинок. Вязкость самым простым способом устанавливается путем определения времени вытекания эмульсии из пипетки; это определение необходимо проводить строго при одной и той же температуре.

Считают, что вязкость подходит для полива, если эмульсия вытекает из пипетки в пять раз медленнее, чем вода при 35°.

На фабрике № 4 для определения вязкости применяют вискозиметр Жимского (рис. 33). Нижняя часть его *А* представляет массивную трубку с очень небольшим внутренним отверстием. Прибор опускается в

эмульсии. Тогда воздушный мешок, образовавшийся в эмульсию до тех пор, пока его конец *К* не коснется шарообразной части прибора, его уравновесит. Чем больше вязкость эмульсии, тем медленнее он опускается. Эмульсию доводят соответствующими добавками до такого состояния, чтобы вискозиметр опускался определенное время.

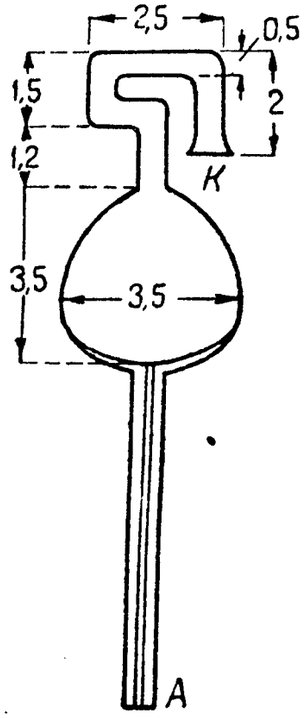


Рис. 33 Вискозиметр Жимского

4. Эмульсия должна легко растекаться, давая при этом ровный зеркальный слой без всяких ямок на поверхности. Ямки, образующиеся на поверхности слоя, называются депрессией и объясняются присутствием жира в желатине, взятой для эмульсии.

Виды брака готовой эмульсии

Брак готовой эмульсии бывает нескольких видов.

1. Эмульсия содержит волокна и всякие посторонние частицы — это следствие плохого фильтрования эмульсии.

2. Эмульсия имеет посторонний запах, — это значит, что она испортилась при хранении.

3. Эмульсия плохо застывает при поливе. Причины могут быть различные: а) эмульсия содержит мало желатины; б) эмульсия приготовлена из мягкой желатины; в) эмульсия подверглась бактериальному разложению.

В первых двух случаях эмульсия может быть исправлена путем введения желатины; в последнем — эмульсию необходимо ликвидировать.

4. Эмульсия плохо растекается при поливе — очевидно эмульсия густая; надо добавить или спирта или воды.

5. Эмульсия показывает депрессию (депрессией называются ямки на поверхности свежеполитой эмульсии, образующиеся вследствие наличия жира в желатине). Необходимо ввести специальные вещества, уменьшающие депрессию — сапонин или контакт Петрова.

6. Эмульсия пенится — происходит это вследствие применения желатины, обладающей большой пенистостью, или в результате прибавления большого количества контакта, или же вследствие неаккуратного размешивания и фильтрования. Недостаток частично устраняется прибавлением спирта.

7. Эмульсия содержит пузырьки воздуха, образующие при поливе прозрачные пятна в виде булавочных уколов, называемые в производстве «пик-пик». Этот вид брака свойственен пенистым эмульсиям. Причина указана в предыдущем пункте. Устранить это явление можно уменьшением пенистости, а также отстаиванием эмульсии.

8. Из эмульсии выделяется галоидное серебро. Обычно это бывает у перезревшей эмульсии, или при малом содержании желатины. Необходимо в таком случае несколько изменить режим созревания, а в готовой эмульсии — увеличить количество желатины.

9. На политом эмульсионном слое после проявления выступают белые прозрачные пятна. Обычно они бывают бактериального происхождения. Бактерии образуют на поверхности эмульсионного слоя колонии, выделяющие в результате своей жизнедеятельности вещества, снижающие на месте своего развития чувствительность эмульсии. Единственным средством борьбы являются более тщательная дезинфекция и увеличение фенола в эмульсии.

10. При проявлении эмульсии образуется желтая вуаль. Это явление объясняется свойствами желатины. Необходимо отказаться от такой желатины или перейти к изготовлению на ней более грубозернистых эмульсий.

Дальнейшая обработка эмульсий

Эмульсию после второго созревания нельзя еще считать готовым продуктом. Правда, фотографические свойства ее уже вполне определились, но она нуждается в некоторой обработке, прежде чем поступить на полив. Эта обработка состоит в том, что эмульсию плавят, вводят некоторые вещества — «добавки» и фильтруют.

Добавки служат для придания эмульсии определенных свойств, облегчающих полив. Из таких веществ следует указать спирт, глицерин и контакт Петрова, способствующий исчезновению депрессий. Далее вводятся дубители, придающие эмульсионному слою необходимую прочность и предупреждающие сползание слоя, а именно: квасцы, формалин и добавки, предохраняющие эмульсионный слой от образования вуали в процесс полива и сушки, — бромистые соли.

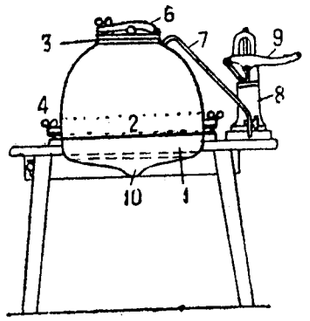
Последними вводятся красители для придания эмульсионному слою необходимой цветочувствительности, после чего производится фильтрация.

Можно установить следующий порядок подготовки эмульсий к поливу:

1. Различные горшки с эмульсией смешиваются в общем сосуде.
2. Окончательно устанавливается объем смеси путем введения воды (описанное выше разведение эмульсии перед вторым созреванием имело предварительный характер).
3. Если вязкость мала, вводится желатина.
4. Вводится контакт Петрова или какой-либо другой аналогичный препарат.
5. Вводятся спирт и глицерин.
6. Вводятся дубители.

Фильтрование

Подготовленную эмульсию необходимо профильтровать, чтобы отделить от нее всякие загрязнения,



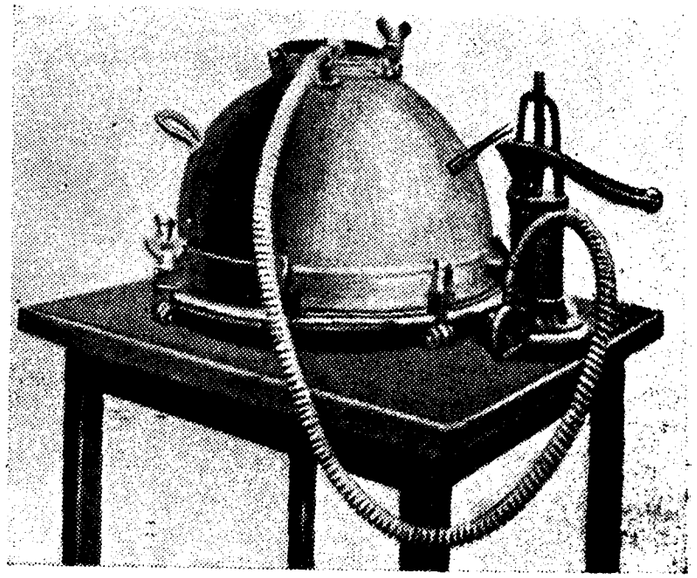


Рис. 34. Колокол для фильтрования

введенные вместе с составными частями эмульсии и попавшие в процессе изготовления. Так как эмульсия представляет собой довольно густую массу, то лучше всего фильтрование проводить под некоторым давлением. Для этой цели существуют специальные фильтры.

На рис. 34 показаны внешний вид такого фильтра и разрез. Фильтр имеет вид колокола и укреплен на специальном столе. Колокол разборный, и нижняя часть его состоит из тарелки *1* с решеткой *2*, на которую кладется собственно фильтр (фланель или кирза). После этого фильтр покрывается колоколом, прикрепляемым струбцинками *4*. Через откидывающуюся крышку *3* в колокол наливается эмульсия, а крышка зажимается зажимом *6*. Гибким шлангом *7* колокол соединен с насосом *8*, которым при помощи ручки *9* накачивают воздух под колокол, продавливая эмульсию вниз через отверстие *10* в подставленную банку.

Собирать фильтр надо очень тщательно, чтобы эмульсия не вытекала через щели. Перед наливанием

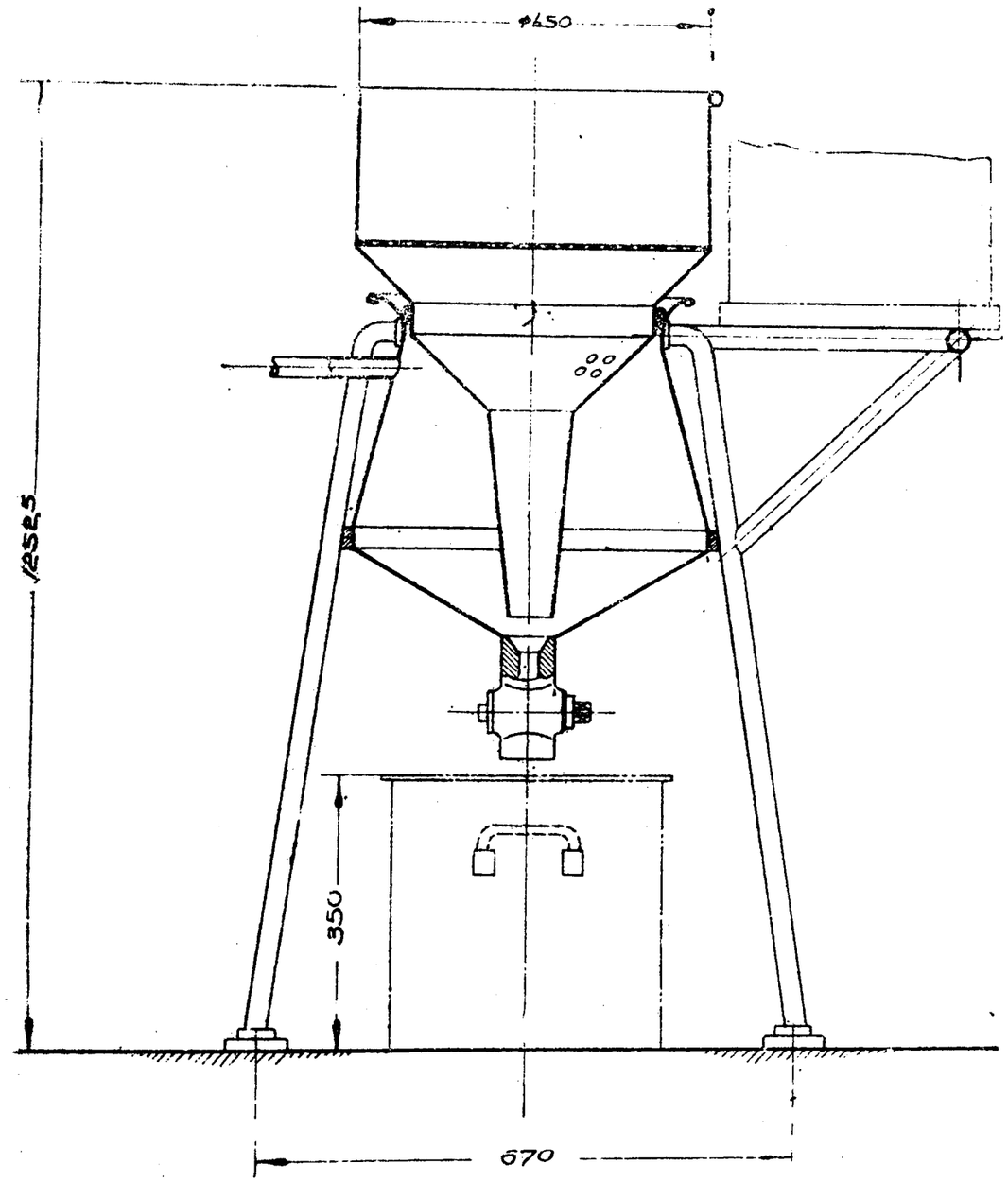


Рис. 35. Фильтрование эмульсий под уменьшенным давлением (размеры даны в *мм*)

эмульсии через фильтр надо пропустить горячую воду,—иначе первые порции эмульсии попадут в холодный прибор, застынут и фильтрование сделается невозможным.

Несмотря на широкое распространение описанного аппарата, он имеет весьма существенный недостаток: эмульсия, падая сверху в банку, захватывает воздух и несколько вспенивается; мельчайшие пузырьки воздуха дают при поливе прозрачные пятна («пик-пик»). Эти пятна появляются не только от неправильного фильтрования, но последнее может быть одной из причин их образования.

Другой прибор, изображенный на рис. 35, представляет меньшую опасность в смысле захвата воздуха. Нижняя часть его — сосуд конической формы, в который вставлена воронка, кончающаяся трубкой, доходящей почти до дна сосуда. На сетку в воронку кладется фильтр. Патрубок соединяется с насосом, выкачивающим воздух. Таким образом внутри давление воздуха уменьшается, и наружным давлением эмульсия продавливается вниз. Так как трубка опущена до дна, то удара эмульсии не происходит и она не вспенивается. По окончании фильтрования в сосуд впускают воздух и переливают эмульсию в банку, подаваемую на полив.

Типы эмульсий

Различают эмульсии высокочувствительные — негативные и малочувствительные — позитивные. Далее каждый из этих типов приспособляется для стекла, пленки или бумаги.

Хотя составление эмульсий на фабрике является делом специальных лиц, мы все же приводим ниже главнейшие рецепты наших фабрик, чтобы каждый работник был в курсе всех деталей производственного процесса.

I. Эмульсия для фотопластинок

А. Негативная эмульсия для фотопластинок

1-й раствор. 2 400 *г* азотнокислого серебра растворяют в 10 *л* дистилированной воды и прибавляют аммиака до растворения осадка. Температура раствора комнатная.

2-й раствор. В 7 *л* воды растворяют 1 100 *г* желатины, 2 000 *г* бромистого калия, 55 *г* иодистого калия, 240 *г* лимонной кислоты и добавляют 30 *см*³ раствора эритрозина. Температуру этого раствора доводят до 50°.

3-й раствор. 400 *г* бромистого калия растворяют в 4 *л* воды. Температура 50°.

В темноте вливают в течение 2 мин. 2-й раствор в 1-й раствор и держат 10 мин при 50°; после этого вводят 3-й раствор. Созревание продолжается в зависимости от качества желатины и желаемой степени чувствительности от 45 до 100 мин. По окончании созревания вливают раствор 2 250 *г* желатины в 8 *л* воды. Эмульсию студенят и оставляют на ночь. На утро прессуют, промывают и проводят второе созревание при 40—45° в течение 2—2½ час. После второго созревания доводят вес эмульсии до 55 л и прибавляют 1 *л* спирта, содержащего 10 *см*³ карболовой кислоты.

Перед поливом в эмульсию вводят:

Бромистого литая (10% раствор)	60—100 *см*³
Бромистого калия (10% раствор)	60—100 „
Глицерина (50% раствор)	60— 90 „
Эритрозина (1 : 1000)	400 „
Квасцов (10% раствор)	600 „

Б. Негативная эмульсия для фотопластинок (новый рецепт).

1-й раствор 1750 *см*³ дистилированной воды растворяют 520 *г* азотнокислого серебра и прибавляют аммиак до тех пор, пока не растворится осадок. Температура комнатная.

2-й раствор. В 2 250 *см*³ дистилированной воды растворяют 470 *г* бромистого калия, 16 *г* иодистого калия и добавляют раствор эритрозина 1 : 1000, всего 75 *см*³, желатины добавляют 225 *г*. Температуру доводят до 50°.

В темноте две трети 1-го раствора вливают во 2-й раствор в течение 5 мин. После 45—60 мин. созревания вливают оставшуюся треть первого раствора в течение 1 мин. и ведут созревание еще 30 мин. После этого прибавляют 300 *г* сухой желатины, дают ей раствориться, на что требуется 15 мин., и после этого эмульсию студенят. Через 2 часа после застуденения делают червяки и промывают. Промытую эмульсию плавят, добавляют воды до объема 11 *л*, вводят раствор 3,5 *г* бромистого калия в 350 *см*³ воды и проводят второе созревание в течение 2 час. Перед поливом в эмульсию добавляют квасцов (10% раствор) — 50 *см*³, лития бромистого (1% раствор) — 50 *см*³ и спирта — 150 *см*³.

В. Позитивная эмульсия для пластинок

Делают три раствора:

1-й раствор

Желатины	2 400 *г*
Бромистого калия	1 200 „
Иодистого калия	16 „
Лимонной кислоты	20 „
Воды	8 000 *см*³

Этот раствор нагревают до 50°.

2-й раствор

Азотнокислого серебра	1 200 *г*
Воды	8 000 *см*³
Аммиака—до растворения осадка.	

Температура этого раствора комнатная.

3-й раствор

Желатины	2 000 *г*
Воды	4 000 *см*³

Этот раствор нагревают до 40°.

2-й раствор быстро вливают в 1-й раствор и через 10—15 мин. вливают 3-й раствор. Студенят, промывают обычно. После промывки плавят, доводят до 55 *л*, вводят обычные добавки и фильтруют.

II. Эмульсии для кинопленок

А. Кинонегативная эмульсия

1-й раствор — азотнокислого серебра — делается в виде трех порций:

а) Воды . . . . . 2 400 *см*³
Азотнокислого серебра . . . 800 *г*
Аммиака—до растворения осадка.
б) Такой же раствор как „а“
в) Воды . . . . . 2 000 *см*³
Азотнокислого серебра . . . 400 *г*

Температура каждого раствора 20°.

2-й раствор готовят растворением в 8 *л* воды 1 800 *г* бромистого калия, 90 *г* иодистого калия и 400 *г* желатины. Эритрозина 1% — 20 см³. Температура 48°.

В темноте во 2-й раствор прибавляется порция «*а*» 1-го раствора в течение 2 мин. Через 15 мин. прибавляется порция «*б*» (тоже в течение 2 мин.) и через 15 мин. — порция «*в*». После этого дают созревать 20—40 мин. при 50°. По окончании созревания вносят 2 600 *г* сухой желатины, растворяют ее в течение 20 мин., добавляют 200 *см*³ эритрозина (½% раствор) и студенят. На следующий день эмульсию измельчают и промывают. После промывки эмульсию плавят, доводят объем до 40 *л*, добавляют 800 *г* сухой желатины и 50 *см*³ 10% раствора бромистого калия. Второе созревание проводят при 45° в течение 90 мин. После этого добавляют раствор 15 *г* фенола в 100 *см*³ спирта.

Перед поливом смешивают 40 *л* полученной эмульсии с 10 *л* позитивной и на 1 *кг* смеси добавляют:

Эритрозина (½% раствор) . . . . . 1,6 *см*³
Хромовых квасцов (10% раствор) . 4—5 „
Сапонина (5% раствор) . . . . . 10—20 „
Глицерина . . . . . 2 „
Спирта . . . . . 20 „

Б. Кинопозитивная эмульсия

Эта эмульсия на пленочных фабриках по количеству превышает во много раз все остальные, так как позитива выпускается примерно в количестве 90% всей пленки.

1-й раствор. В 10 *л* воды растворяют 1 260 *г* бромистого калия, 9 *г* иодистого калия, 675 *г* желатины и 300 *см*³ 25% аммиака.

2-й раствор состоит из 10,5 *л* воды, 1 500 *г* азотнокислого серебра, 20 *см*³ азотной кислоты (10% раствор) и 150 *см*³ лимонной кислоты (10% раствор).

Эмульсификацию производят быстрым вливанием 2-го раствора в 1-й и ведут созревание 70 мин. при 43°. После этого вводят 1500 *г* желатины и размешивают 20 мин. до растворения. Потом студенят и промывают.

После промывки эмульсию плавят, доводят до 40 *л*, добавляют в два приема 1 340 *г* желатины равными порциями и, когда температура достигает 45°, прилевают:

Хлористого натра (10% раствор) . . 380 *см*³
Азотнокислого серебра (10% раствор) 760 „

После этого ведут созревание в течение 30 мин. при 45°.

По окончании созревания вливают раствор:

Хлористого натра . . . . . 18 *г*
Воды . . . . . 90 *см*³
Соляной кислоты (10%) . . . . . 9 „

III. Фотобумажные эмульсии

Производство эмульсии для полива бумажной подложки значительно отличается от того, что было описано выше. Прежде всего бумажные эмульсии весьма мало чувствительны; поэтому процесс второго созревания часто совершенно отсутствует, и довольствуются теми изменениями в чувствительности, которые происходят во время плавления эмульсии. Эмульсию «газлихт» даже не подвергают промывке и поливают прямо после смешивания растворов.

Особенности эмульсионного процесса будут отмечены при описании рецептуры. Здесь лишь укажем на значение некоторых добавок, которые несколько отличаются от применяемых для негативных эмульсий.

Дубление эмульсий производится формалином для чего вводят на 1 *л* эмульсии 1 *см*³ формалина. Применение последнего для малочувствительных позитивных эмульсий не представляется опасным, а вместе с тем он хорошо влияет на вязкость эмульсии.

Далее следует указать на лимонную кислоту и лимоннокислый калий. И то и другое дает с серебром нерастворимую серебряную соль. Считают, хотя и без достаточного основания, что они способствуют уничтожению вуали, а лимоннокислый калий прибавляют также для уничтожения белых точек. Вследствие наличия на бумаге метталлических включений (меди и железа), на эмульсионном слое получаются белые (от меди) либо черные (от железа) точки. Для предупреждения белых точек в эмульсию вводят хлорную медь; чувствительность эмульсий при этом значительно уменьшается. Для предупреждения черных точек прибавляют закисное сернокислое железо.

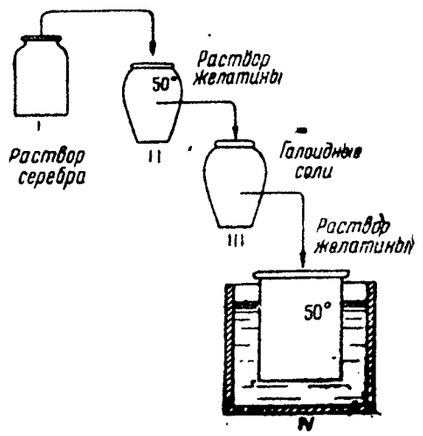


Рис. 36. Схема эмульсификации

Спирт и контакт Петрова прибавляются так же, как в негативную эмульсию. Из других добавок следует отметить иодистый калий. Будучи введен в готовую эмульсию, он несколько уменьшает чувствительность и, как полагают, способствует белизне светлых мест изображения.

Если негативные эмульсии разделяют по сортам, исходя из чувствительности, то позитивные различают главным образом по контрасту. Различают бумагу: а) мягкую (с очень малым контрастом), б) нормальную (с небольшим контрастом, в) контрастную, г) очень контрастную.

Кроме того в зависимости от метода приготовления бумаги разделяются на: а) бромистые (бромосеребряные), где светочувствительные зерна состоят из бромистого серебра; б) хлоробромистые, где имеется смесь хлористого и бромистого серебра; в) хлористые (газлихт), где преобладает хлористое серебро. Все эти бумаги требуют проявления для того, чтобы получить видимое изображение.

Наконец, существуют малочувствительные эмульсии, которые не надо проявлять, так как на них печатают до тех пор, пока изображение не достигнет достаточной силы. Светочувствительные зерна такой эмульсии состоят из хлористого серебра и серебряных солей лимонной, виннокаменной и щавелевой кислот.

В дальнейшем особенности каждого сорта будут указаны в рецептуре.

I. Бромистые эмульсии.

1. Контрастная эмульсия. Готовят два раствора.

1 раствор:	Серебра азотнокислого	440 *г*.
	Воды	4 000 *см*³.
2 раствор:	Аммиак—до полного аммирования	
	Калия бромистого	380 *г*.
	Калия иодистого	10 „
	Желатины	1 000 „
	Воды	5 000 *см*³

Указанные в этой рецептуре объемы обусловлены вместимостью глиняных горшков, в которых проводится эмульсионный процесс. Оба приведенные раствора составляют одну порцию эмульсии. Для одного номера эмульсии берут 16 таких горшков или, что то же, 16 вышеприведенных порций.

Температуру обоих растворов доводят до 50° и при энергичном помешивании 1-й раствор быстро вливают во 2-й. После вливания растворов эмульсия студенится, на другой день превращается в червяки, промывается и плавится. При плавлении температура доводится до 40°, вводится желатина в сухом виде — от 6 до 7,5% к общему объему 450 *л*. Добавляют:

Иодистого калия (10% раствор)	4 *см*³
Спирта	9 *л*
Хлорной и лимоннокислой меди (для уничтожения белых точек)	
Сернокислого железа (для уничтожения черных точек)	
Формалина	450 *см*³.

Добавление формалина производят после фильтрования эмульсии.

2. Нормальная эмульсия.

Готовят следующие растворы:

I.	Серебра азотнокислого	500 *г*.
	Воды	2 500 *см*³
II.	Виннокаменной кислоты	40 *г*.
	Желатины	75 „
	Воды	750 *см*³
III.	Калия бромистого	450 *г*
	Калия иодистого	5—10 *г*
	Воды	1 500 *см*³
VI.	Желатины	500 *г*
	Воды	2 000 *см*³

Приведены количества, употребляемые на один горшок. Одна варка эмульсии — 12 таких порций. Водяная баня нагревается до 50°. Растворы 2-й и 4-й нагреваются до 50°.

При смешивании 1-й раствор быстро вливается во 2-й, а затем в 3-й и, наконец, все вместе в 4-й раствор (см. схему на рис. 36). Полученная эмульсия созревает от 30 мин. до 1 часа. Эмульсия студенится, измельчается, плавится, и все горшки смешиваются; к ним добавляют еще 3 горшка контрастной эмульсии; всего объем доводят до 450 *л*. Добавляют желатины так, чтобы получилась концентрация 6—7,5%. При плавлении вводят 200 *см*³ 10% раствора иодистого калия, 9 *л* спирта, 1 *см*³ формалина на каждый литр и соли, способствующие устранению белых точек.

II. Хлоробромистая эмульсия

1-й раствор:	Воды	3 500 *см*³
	Желатины	300 *г*
	Бромистого калия	65 „
	Хлористого натрия	65 „
	Лимонной кислоты	65 „
2-й раствор:	Воды	1 100 *см*³
	Серебра азотнокислого	200 *г*

1-й раствор нагревают до 50° и в него медленно вливают 2-й раствор. Созревание продолжается 40 мин. при 50°. Студенение и промывка — обычные. Второе

созревание — 15 мин. при 50°. После этого добавляют 500 *г* желатины, растворенной в 3 500 *см*³ воды. Перед поливом добавляют до 200 *см*³ спирта, воды — до 8 *л* и 8 *см*³ формалина.

Чувствительность этой эмульсии значительно ниже бромистой.

III. Эмульсия аристотипная

Эта эмульсия содержит свободное азотнокислое серебро, которое может вступать во взаимодействие с подложкой. Поэтому требуется подложка, приготовленная из тряпья, тщательно обработанная. Эмульсия настолько малочувствительна, что ее можно обрабатывать на рассеяном дневном свете. Для получения аристотипной бумаги готовят три раствора.

1-й раствор:	Азотнокислого серебра	24 *г*
	Воды	160 *см*³
2-й раствор:	Хлористого натра (соли)	2,1 *г*
	Воды	700 *см*³
	Желатины	70 *г*
3-й раствор:	Щавелевой кислоты	5,4 *г*
	Хлористого аммония	2,1 „
	Виннокаменной кислоты	9,6 „
	Двууглекислого натра	1,05 „
	Воды	140 *см*³

Температура всех растворов доводится до 55°. 1-й раствор вливается во 2-й, потом в полученную смесь вливается 3-й раствор. Созревание — 30 мин. Перед поливом добавляют 40 *см*³ квасцов и 20 *см*³ спирта.

IV. Высокочувствительные фотобумажные эмульсии для специальных целей

Широкое внедрение фотографии в научное исследование и технику вызвало спрос на специальные бумаги, которые регистрировали бы изменения в показаниях различных приборов. Обычно стрелка прибора снабжается зеркальцем, которое освещается; световой зайчик отражается на светочувствительную бумагу и, двигаясь вместе со стрелкой, оставляет след, который

после проявления делается видимым в виде черной линии. Так как световой зайчик является крайне слабым источником света, то бумага должна быть очень чувствительна, и эмульсия должна приближаться по своим фотографическим свойствам к типу негативной эмульсии. Поэтому соответствующей рецептуры не приводим, чтобы не повторять негативных эмульсий.

К такого типа бумагам относятся: осциллографная, кардиографная, регистрирующая. Они часто делаются ортохроматическими.

Иногда бумагу применяют для фотографирования текста, документов, чертежей и т. д. Это производится на особых приборах—фотостатах, на специальной фотостатной бумаге. Работа носит массовый характер, — поэтому все операции обработки, в том числе и сушка, должны проводиться как можно быстрее. Чтобы можно было поднять температуру сушки фотостатной бумаги, эмульсию сильно дубят. Некоторые заграничные сорта фотостатных бумаг вместо желатины содержат другие, более теплостойкие вещества. Светочувствительность фотостатных бумаг должна быть достаточно высокой.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Назовите виды брака готовой эмульсии.
2. Для чего эмульсию необходимо фильтровать и как это делается?
3. Какие существуют типы эмульсии?

Глава X

Общее расположение и освещение эмульсионного цеха

Весьма важную роль в деле механизации эмульсионного процесса играет взаимное расположение аппаратуры. Рациональным будет такое расположение аппаратуры, при котором эмульсия самотеком или ближайшим путем перемещается от одной операции к другой. С этой точки зрения существующие производства эмульсии и у нас, и за границей далеки от рационализации. Эмульсии вручную приходится перетаскивать иногда на очень далекое расстояние, переливать, вычерпывать ковшем и т. д.

В отношении рационального расположения оборудования и всего технологического процесса весьма поучительна схема производства эмульсии, запроектированная проектным бюро ФОКХТ для Казанской фабрики (рис. 37).

Эмульсионный цех расположен в четырех этажах. Каждая из показанных операций производится в отдельном этаже, причем после промывки эмульсия поднимается на верхний этаж и проходит все здание вниз до полива. Таким образом каждый этаж занят двумя однородными операциями, что значительно облегчает монтаж установок. Кроме того эмульсии обеспечивается все время движение вниз; подъем происходит лишь один раз. Такое расположение гарантирует рациональное передвижение эмульсий; к сожалению, эту схему несмотря на все ее хоро-

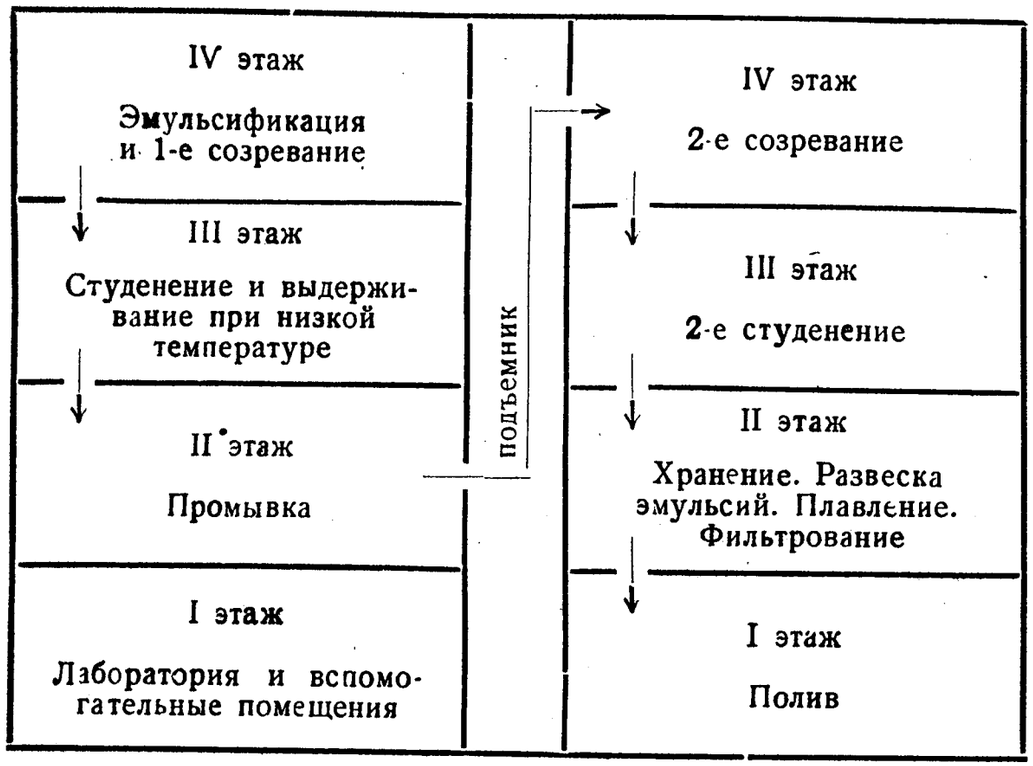


Рис. 37

шие качества, невозможно приспособить к уже существующим фабрикам. Однако даже в пределах существующих эмульсионных цехов можно установить рациональный транспорт эмульсии, используя высоту помещения и располагая оборудование в разных плоскостях.

Наконец, следует указать на то, что в идеале эмульсионные цехи должны быть светлыми, так как все операции должны по возможности проводиться в изолированной от света аппаратуре.

Вопрос о рациональном освещении темных цехов у нас еще совершенно не проработан. Каждая фабрика делает цветные стекла, называемые светофильтрами, по-своему. В отдельных цехах между белыми стеклами прокладывают цветную бумагу, в некоторых случаях покрывают стекло окрашенной желатиной, иногда применяют стекла, окрашенные в массе. За ис-

ключением последнего типа светофильтров все остальные довольно быстро выцветают и делаются непригодными.

К светофильтрам предъявляют требования, чтобы они не засвечивали эмульсию и чтобы были достаточно ярки. Степень воздействия светофильтра на эмульсию называется актиничностью. Хороший светофильтр наряду с большой яркостью обладает большой неактиничностью; с другой стороны, может быть очень темный и очень актиничный светофильтр — практически непригодный. Качество светофильтра зависит от удачного подбора красителей, и для разных эмульсий следует применять различные светофильтры.

Если имеют дело с эмульсиями позитивными, малочувствительными, то вполне допустимо применение оранжевого или светлокрасного светофильтра. Ввиду непостоянства многих красителей трудно указать рецептуру составленную для них; необходимо подобрать нужную комбинацию. Для позитивных цехов можно рекомендовать светофильтры, разработанные Государственным оптическим институтом (ГОИ) и уже применяемые на фабрике № 6 и на экспериментальной установке НИКФИ.

Можно применять красители типа роза и понсо в комбинации с тартрацином или аноранжем. При условии уменьшения силы света фонарной лампочки можно применять даже светлозеленые фильтры, которые для глаза светлее красных.

Для ортохроматических эмульсий необходимо иметь темнокрасное освещение. Такой цвет получают сложением двух цветов — фиолетового и желтого. Обычно одну пластинку поливают фиолетовой краской, а другую желтой и их складывают; того же можно достигнуть, складывая две окрашенные бумажки; для окрашивания применяют метилвиолет (фиолетовая краска) и тартрацин (желтая краска).

Для эмульсий, чувствительных к красному свету, применяются темнозеленые светофильтры.

Предпочтительно иметь для освещения матовый рассеянный свет; поэтому между двумя прозрачными светофильтрами вкладывается папиросная или какая-либо другая прозрачная бумага.

Различные участки эмульсионного цеха требуют различного освещения в зависимости от тех условий, в которых эмульсия находится. Необходимы следующие типы светофильтров:

1. Светлокрасный светофильтр необходим для освещения проходов, тамбуров и вообще тех помещений, где эмульсия не находится, но белый свет неприменим.

2. Красный светофильтр средней яркости применим вполне в первой эмульсионной, где эмульсия не имеет еще максимальной чувствительности. Необходимо лишь наблюдать, чтобы этот свет не падал непосредственно на эмульсию (лучше всего, если такой свет падает не прямо вниз, а отразившись от белого потолка).

3. Темнокрасное освещение применяется во всех тех случаях, когда фонарь приходится очень близко подносить к эмульсии, когда свет из фонаря может падать некоторое время на эмульсию, хотя этого следует всячески избегать. Вторая эмульсионная требует более темного освещения, так как здесь эмульсия достигает максимальной чувствительности.

4. Зеленое освещение требуется только в том отделении, где происходит плавление и фильтрование панхроматических эмульсий. Обычное освещение здесь также темнокрасное, но в тех случаях, когда приходится вводить панхроматические красители, очувствляющие эмульсию к красному свету, необходимо ставить зеленые светофильтры.

Особо стоит вопрос об освещении позитивных цехов пленочных фабрик и эмульсионного цеха бумажной фабрики. Эмульсии здесь применяются с естественной цветочувствительностью, так как в них никаких красителей не добавляется. Освещение здесь может меняться в зависимости от тех же условий, что и для не-

гатива, от светлокрасного до светлооранжевого; первое применяется там, где свет может некоторое время падать на эмульсию, последнее—в проходах и тамбурах.

Во всяком случае во всех эмульсионных цехах более яркое освещение менее опасно, чем в тех, где эмульсия уже наносится или нанесена тонким слоем на подложку, по той причине, что в эмульсионном цехе под влиянием света находится очень небольшая поверхность всей эмульсии, а например в сортировочной вся эмульсия целиком засвечивается по всей толщине слоя.

Что касается световых точек, то различают два вида их: неподвижные и переносные. Первые устраиваются там, где необходимо дать общее освещение или указать выход. Здесь могут быть применены любые фонари. Весьма рационально устроен фонарь типа Кодак, служащий для освещения помещения отраженным светом: свет падает на верхний белый плафон и отражается ровно по всему помещению. Далее световые источники могут располагаться в цехе так, что будут освещать только пол; таким образом передвижение в цехе значительно облегчится, а лишний свет не будет падать на эмульсию; для этой цели удобно применять трехгранные фонари, укрепляя их под столом, сбоку водяной бани и т. д.

Переносные фонари применяются для освещения отдельных небольших участков рабочего места; при этом очень часто свет может попадать непосредственно на эмульсию. Поэтому пользоваться таким светом необходимо лишь в крайних случаях.

Вообще следует помнить, что неактиничного освещения не существует и всякий свет более или менее действует на эмульсию.

Рабочий эмульсионного цеха должен помнить следующие правила обращения со светом в цехе.

1. Белый свет для приведения цеха в порядок можно давать, лишь тщательно убедившись, что эмульсии в цехе нет, и предупредив о том эмульсионера.

2. Никогда не следует во время работы вставлять вилку в штепсельную розетку или вынимать ее.

3. Необходимо следить, чтобы провода были в порядке, чтобы на них не попадала сырость, так как в противном случае возможны короткое замыкание и искры, а так же и несчастные случаи.

4. Светофильтры различных типов должны применяться только в тех местах, для которых они предназначены.

5. Надо следить, чтобы фонари не имели щелей; при заклеивании же последних не залеплять вентиляционных отверстий, так как иначе фонарь может перегреться и окрашенная желатина сползет со стекла.

6. Подходить с фонарем к эмульсии следует лишь тогда, когда это совершенно необходимо.

7. В тех случаях, когда в общем свете нет особой надобности, рекомендуется гасить его.

8. Фонари через определенные промежутки времени должны проверяться лабораторией.

9. Никогда не следует ставить фонарь на пол, так как его легко задеть ногой и разбить светофильтр.

Глава XI

Цеховой промфинплан. Организация труда

К эмульсионному цеху, как ко всякой производственной единице, применимы те же принципы хозрасчета и организации труда, что и ко всем цехам фабрики.

В настоящее время в организации труда в эмульсионных цехах разных фабрик не существует единообразия, что объясняется главным образом различным объемом цехов и специфическим ведением процессов на каждой фабрике.

Каждый цех получает ежемесячно план с указанием количества и сорта подлежащих изготовлению эмульсий. Это задание выражается в литрах готовой эмульсии или в килограммах подлежащего переработке азотнокислого серебра.

Одновременно вместе с заданием спускаются цифры, указывающие количество сырья, которое должно быть затрачено на выполнение плана, и калькуляция. Калькуляцией называется расчет стоимости какого-либо объекта, в данном случае фотоэмульсии. Следует различать калькуляцию себестоимости, определяющую, во что обходится данный продукт производящей его единице, и калькуляцию продажную, определяющую стоимость продукта в продаже.

В цех спускаются калькуляция себестоимости и общая оценка (в рублях) подлежащей выпуску продукции. Начальник разбивает план по дням, доводит его до рабочего места и руководит выполнением.

Для более ясного представления о прохождении промфинплана приведем пример, материал для которого заимствован из практики одной из пленочных фабрик.

1. Эмульсионный цех составляет ориентировочный техфинплан с учетом сырьевых и других производственных возможностей. План охватывает количество и качество выпускаемой продукции, необходимое количество сырья, рабсилы, пара, энергии и т. д.

Этот план поступает в заводоуправление, которое составляет сводный план по всей фабрике. План представляется на утверждение треста.

2. План исправляется, утверждается трестом. На основании его на фабрику спускается квартальный план.

Для эмульсионного цеха он имеет, примерно, такой вид (задание выражено в килограммах металлического серебра, которое необходимо переработать):

Кинопозитив	830
Кинонегатив	63,2
Фильмпак	80,0
Рентген	76,9
Звуковая „А“	16,0
Звуковая „З“	14,6
Разная негативная	114,0

3. Учитывая количество рабочих дней в месяце, заведующий цехом составляет расчет, сколько горшков эмульсии по каждому сорту необходимо сделать. По приведенному выше заданию получается следующий план на один день:

Кинопозитив	36,03
Кинонегатив	2,16
Фильмпак	2,76
Рентген	2,63
Звуковая „А“	0,54
Звуковая „З“	0,51
Разная негативная	3,77
Всего	48,45

4. Исходя из этих цифр, составляют декадный календарный план, который обсуждается на цеховом производственном собрании и доводится до сведения каждой бригады. Последняя обязана сделать в день определенное количество эмульсий заданного количества. При этом твердо устанавливаются нормы расхода сырья, брак и качественные показатели.

5. При бригадном хозрасчете устанавливается цена 1 *л* готовой эмульсии, по которой эмульсия сдается бригадой. Себестоимость эмульсии на данном этапе определяется планом; в случае снижения себестоимости бригада премируется.

При сдельной расценке рабочий получает зарплату, исходя из определенной нормы выработки. При премиальной оплате рабочий получает премию при выработке сверх нормы или при превышении каких-либо показателей, например, при снижении брака, уменьшении боя посуды и т. д.

При мелком производстве пластиночных фабрик затруднительно создавать бригады и применять бригадный хозрасчет.

На пленочных фабриках, при наличии больших эмульсионных цехов вполне возможна организация хозрасчетных бригад. Этот тип наиболее рациональный. Бригада рабочих эмульсионного цеха, охватывающая всех рабочих, необходимых для производства эмульсии, заключает с администрацией договор, по которому берет на себя изготовление в определенных условиях известного количества эмульсии с определенными показателями качества; администрация дает гарантию создания условий, благоприятствующих выполнению договора. При такой системе рабочий из простого выполнителя перерастает в организатора трудового процесса, что немедленно сказывается на повышении производительности, увеличении сознательности, создает добавочный стимул к повышению знаний.

Распределение работ между отдельными работниками цеха зависит от размера последнего и местных условий. Как на пример, можно указать на распределение рабсилы в эмульсионном цехе одной из фабрик ФОКХТ.

Цех состоит из 70 человек. Во главе стоит начальник цеха. В его подчинении находятся эмульсионеры негативного и позитивного цехов. В распоряжении эмульсионера находятся его помощники по специальным видам продукции и композиционер, в обязанности которого входит подбор желатины. Дальше идут старшие рабочие по каждой отдельной операции: эмульсионный рабочий, прессовщик, фильтровщик и т. д., в ведении которых находятся соответствующие рабочие.

Правильная организация труда в цехе является необходимым условием успешного выполнения промфинплана. При неправильной расстановке рабсилы одни работники оказываются перегруженными, другие — недогруженными, что ведет к нарушению труддисциплины, понижению производительности труда и качества продукции.

Охрана труда

Эмульсионное производство не относится к разряду вредных. Однако из этого не следует, что при работе в эмульсионном цехе можно пренебрегать необходимыми мерами предосторожности.

Основным неприятным моментом является работа в темном помещении. Резкий переход от темноты к яркому свету может вредно сказываться на зрении. Смягчение этого перехода достигается устройством промежуточных помещений, где глаз может постепенно приспособляться к перемене освещения.

Другой неприятный и вредный момент — выделение аммиака, которое имеет место в дозировочной и первой эмульсионной. Аммиак вызывает кашель и раздражение слизистых оболочек. Допустимое содержание его в воздухе — 0,01%. Все работы с аммиаком необходимо проводить в вытяжном шкафу, а в первой эмульсионной должна быть хорошая вентиляция.

Так как эмульсионный цех состоит в основном из темных замкнутых помещений, то необходимо всюду иметь соответствующую вентиляцию с хорошим обменом воздуха.

Необходимо следить, чтобы в эмульсионных помещениях было сухо. При наличии сырости очень легко получить ревматизм.

Меры предосторожности при обращении с химикалиями выше уже указывались. Следует помнить, что даже такие по виду безопасные соли, как бромистый и иодистый калий, при попадании в организм могут вызвать неприятные последствия.

При работе в темном цехе не следует забывать, что опасность пожара здесь несравненно больше, чем в светлом помещении. Поэтому в темных цехах нельзя курить, — тем более, что огонь папиросы и дым вредно влияют на эмульсию. Все проходы должны быть свободными и сухими (чтоб не поскользнуться); над выходными дверями должен висеть фонарь. Двери должны открываться наружу — в сторону светлых помещений.

На кинопленочных фабриках необходимо помнить об опасности всего производства в целом. Главное сырье этих фабрик — коллоксилин, спирт, эфир и другие растворители — не только горючи, но в известных условиях даже взрывчаты. Поэтому нужно быть очень осторожным с огнем и спички оставлять при входе на фабрику.

Там, где производится работа на машинах, все движущиеся детали последних должны иметь ограждения.

ПРОВЕРОЧНЫЕ ВОПРОСЫ:

1. Что такое светофильтр и в чем заключается его актиничность?
2. Как нужно обращаться с источниками света в темных цехах?
3. Как составляется техфинплан эмульсионного цеха?

ОГЛАВЛЕНИЕ

Стр.

Глава I. Фотохимическая промышленность в СССР. 3

Глава II. Элементарные сведения о составе и свойствах эмульсий

Внешний вид эмульсий . . . 7
Химический состав эмульсий. 10
Причина светочувствительности эмульсий 14
Цветочувствительность . . . 18
Различие эмульсии по назначению 20
Различие эмульсии по светочувствительности 22
Различие эмульсий по их применению. 22

Глава III. Исходное сырье и схема эмульсионного процесса

Желатина 24
Азотнокислое серебро . . . 27
Галоидные соли 27
Нашатырный спирт 28
Красители 29
Вода 29
Схема эмульсионного процесса 33

Глава IV. Подготовительное отделение

Сосуды для изготовления эмульсий 38
Дозировка материалов. . . . 41
Растворение сырья 44

Глава V. Первая эмульсионная

Сборудование 47
Эмульсификация 51

Стр.

Первое созревание 54
Контроль созревания 54
Эмульсионная аппаратура для созревания 56
Регулирование температуры. 57

Глава VI. Промывочное отделение

Студенение 62
Измельчение 66
Промывка. 68
Контроль промывки 73
Национализация процесса промывки 75

Глава VII. Вторая эмульсионная

Аппаратура и оборудование . 76
Процесс второго созревания . 76

Глава VIII. Смешивание и хранение эмульсий 80

Глава IX. Качество готовой эмульсии и ее дальнейшее использование

Требования к готовой эмульсии. 85
Виды брака готовой эмульсии. 86
Дальнейшая обработка эмульсии. 88
Фильтрование. 88
Типы эмульсий 91

Глава X. Общее расположение и освещение эмульсионного цеха 101

Глава XI. Цеховой промфинплан Организация труда 107

Охрана труда. 110

ЗАМЕЧЕННЫЕ ОПЕЧАТКИ

Стр.	*Строка*	*Напечатано*	*Должно быть*
67	1 сверху	В этой строке неясно отпечатана цифра—„8“.	
71	8 сверху	„ .... по отношению к воде немного...“	„ .... по отношению к воде много....“
86	2 сверху	Эта строка должна быть поставлена первой сверху.	
88	18 сверху	„ .... в процесс полива и сушки. .“	„ .... в процессе полива и сушки....“
92	20 сверху	„Бромистого литая.....“	„Бромистого лития....“

Михайлов. Техминимум для рабочих эмульсионного цеха.